

**SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE**

# **ZAVRŠNI RAD**

**Voditelj rada:  
Doc.dr.sc. Darko Landek**

**Milan Vlašić**

**Zagreb, 2009.**

**Izjavljujem da sam samostalno izradio završni rad koristeći se stečenim znanjem i iskustvom, te informacijama prikupljenim iz literature i s Interneta.**

**Zahvaljujem se doc. dr. sc. Darku Landeku , mentoru ovoga rada, na stručnoj pomoći pri izradi ovog rada. Također se zahvaljujem i Dr. sc. Suzani Jakovljević, tehničarki suradnici Nadi Vargi i dipl. ing. Mateji Šnajdar na pruženoj pomoći pri izradi ovog rada.**

## SAŽETAK

U radu je ispitivan utjecaj nitrokarburiranja i parametara naknadne oksidacije na otpornost na trošenje, faktor trenja i mikrotvrdoću ispitanih uzoraka od čelika Ck45. Utvrđen je raspon temperature i trajanja naknadne oksidacije koji značajno snižava faktor trenja i povisuje otpornost na adhezijsko trošenje u odnosu samo na nitrirano stanje. Rubni sloj ispitnih uzoraka analiziran je svjetlosnom i elektronskom mikroskopijom pri čemu je uočeno smanjenje poroznosti zone spojeva nakon primjene postupka TENIFER QPQ. Provedena ispitivanja faktora trenja i otpornosti na adhezijsko trošenje ukazuju na značajno povišenje otpornosti na adhezijsko trošenje nakon postupka TENIFER QPQ uz naknadnu oksidaciju na gornjoj preporučenoj temperaturi rada oksidativne kupke AB1 (420 °C) uz trajanja oksidacije 30 min i duže.

# **SADRŽAJ**

<b>TEORIJSKI DIO</b>	<b>1</b>
<b>UTJECAJ NAKNADNE OKSIDACIJE NA OTPORNOST TROŠENJU NITROKARBURIRANOG ČELIKA</b>	<b>2</b>
<b>1. UVOD</b>	<b>2</b>
<b>2. NITROKARBURIRANJE U PLINU ILI PLAZMI S NAKNADNOM OKSIDACIJOM</b>	<b>3</b>
2.1. Nitrokarburiranje u plinu s naknadnom oksidacijom –postupak COLOURNITE®	4
2.2. Nitrokarburiranje u plazmi s naknadnom oksidacijom - postupak PLASOX®	5
2.3. Nitrokarburiranje u plazmi s naknadnom oksidacijom - postupak IONIT-OX®	6
<b>3. NITROKARBURIRANJE U KUPKI S NAKNADNOM OKSIDACIJOM – POSTUPAK TENIFER QPQ</b>	<b>8</b>
3.1. Parametri izvođenja postupka TENIFER QPQ	9
3.2. Stvaranje rubnog sloja	10
3.3. Učinci postupka TENIFER QPQ u solnoj kupci AB1 na tribološka svojstva površinskog sloja	14
3.3.1. Površinska hrapavost	14
3.3.2. Mikrotvrdoća	15
3.3.3. Faktor trenja i otpornost na adhezijsko trošenje	16
<b>EKSPERIMENTALNI DIO</b>	<b>19</b>
<b>4. ISPITNI UZORCI I PLAN POKUSA</b>	<b>20</b>
4.1. Izbor materijala i izrada ispitnih uzoraka	20
4.2. Plan pokusa	21
<b>5. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA</b>	<b>23</b>
5.1. Ispitivanje hrapavosti površine	23
5.2. Ispitivanja faktora trenja i otpornosti na adhezijsko trošenje	25
5.2.1. Rezultati ispitivanja faktora trenja	25
5.2.2. Rezultati ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje	29
5.3. Ispitivanje mikrotvrdoće i mikrostrukture rubnog sloja	33
<b>6. ZAKLJUČAK</b>	<b>39</b>
<b>7. LITERATURA</b>	<b>40</b>
<b>PRILOG</b>	<b>41</b>

## POPIS SLIKA

- Slika 1.** Pregled postupka nitrokarburiranja [3]
- Slika 2.** Površinski sloj nakon postupka COLOURNITE® i naknadne oksidacije [6]
- Slika 3.** Linijski poredane peći u postupku COLOURNITE® [10]
- Slika 4.** Sustav za ugrijavanje i hlađenje kod postupka PLASOX® [9]
- Slika 5.** a) Zvonasta peć tvrtke „Sulzer“ s automatskom regulacijom temperature za postupak IONIT-OX®
- Slika 6.** Linija peći za nitriranje u plazmi plinova postupkom IONIT-OX® [11]
- Slika 7.** Dijagram postupka nitrokarburiranja sa i bez naknadne oksidacije [1]
- Slika 8.** Shematski prikaz osnovnih reakcija u solnoj kupci TF1 [6]
- Slika 9.** Ravnotežni dijagram stanja Fe-N [7]
- Slika 10.** Mikrostruktura rubnog sloja čelika Ck45 u nagriženom stanju (3% NITAL) nakon: [1]
- Slika 11.** Rezultati rentgenske difrakcije površine ispitnih uzoraka obrađenih postupkom nitrokarburiranja TENIFER sa i bez naknadne oksidacije [5]
- Slika 12.** EDX analiza kemijskog sastava od površine prema jezgri za [5]
- Slika 13.** Vrijednosti parametara hrapavosti površine ( $R_{max}$ ,  $R_a$ ) za ispitne uzorke načinjene od čelika Ck45 u toplinski neobrađenom stanju, poslije TENIFER postupka i poslije TENIFER QPQ postupka [2]
- Slika 14.** Raspodijela tvrdoće i mikrostruktura sloja uz površinu ispitivanih uzoraka od čelika C45 poslije nitrokarburiranja [2]
- Slika 15.** Uređaj za ispitivanje faktora trenja i otpornosti na adhezijsko trošenje [2]
- Slika 16.** Faktori trenja za tri vrste uzoraka uz postavke sile na  $F_n = \text{const.} = 98,1 \text{ N}$  i brzinu klizanja na  $v = 0.055 \text{ m/s}$  [2]
- Slika 17.** Otpornost na trošenje ispitivana na tri različita uzorka nakon 3 min ispitivanja sa postavljenom silom od  $F_n = \text{const.} = 98.1 \text{ N}$  i brzinom klizanja od  $v = 0.055 \text{ m/s}$  [2]
- Slika 18.** Oblik i dimenzije ispitnih uzoraka od čelika Ck45 za ispitivanje utjecaja naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika
- Slika 19.** Toplinska obrada ispitnih uzoraka od čelika Ck45
- Slika 20.** Rezultati ispitivanja hrapavosti
- Slika 21.** Dijagram put trošenja - faktor trenja za nitrirani uzorak i uzorak B
- Slika 22.** Dijagram put trošenja - faktor trenja za uzorke C, D i E.
- Slika 23.** Dijagram put trošenja - faktor trenja za uzorke F, G i H
- Slika 24.** Dijagram put trošenja - faktor trenja za uzorke I, J i K
- Slika 25.** Ovisnost maksimalne širine traga trošenja o toplinskoj obradi rubnog sloja
- Slika 26.** Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka od čelika Ck45 nakon nitrokarburiranja (uzorak A) i nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom (uzorak B) [3]

## POPIS TABLICA

- Tablica I.** Plan označavanja i toplinske obrade ispitnih uzoraka od čelika Ck45 za pojedina stanja
- Tablica II.** Tragovi adhezijskog trošenja snimljeni na uzorcima A i B
- Tablica III.** Tragovi adhezijskog trošenja snimljeni na uzorcima C,D,E,F,G i H
- Tablica IV.** Tragovi adhezijskog trošenja snimljeni na uzorcima I, J i K
- Tablica V.** Mikrostruktura ispitnih uzoraka A,B,C,D, F i G od čelika Ck45 obrađenih postupkom Tenifer QPQ
- Tablica VI.** Mikrostruktura ispitnih uzoraka H i J od čelika Ck45 obrađenih postupkom Tenifer QPQ

## POPIS OZNAKA

Ra; Rz; Rmax; Rq - parametri hrapavosti

HV – tvrdoća po Vickersu

A1, °C – eutektoidna temperatura prema Fe-C dijagramu

$b_{\max}$  – maksimalna širina traga trošenja nakon ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje

## GRČKA SLOVA

$\varepsilon$  – faza, tj. željezni nitrid  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$  (heksagonalna rešetka)

$\gamma'$  – željezni nitrid  $\text{Fe}_4\text{N}$

$\mu$  – faktor trenja

## **TEORIJSKI DIO**



# UTJECAJ NAKNADNE OKSIDACIJE NA OTPORNOST TROŠENJU NITROKARBURIRANOG ČELIKA

## 1. UVOD

Današnji strojni dijelovi i alati su vrlo često izloženi složenim mehaničkim opterećenjima, trošenju i djelovanju korozije. Nitrokarburiranje je jedan od najuobičajenijih postupaka kojim se značajno produljuje vijek upotrebe čeličnih dijelova gore spomenutim eksploatacijskim uvjetima. Osim povećane granice razvlačenja, dinamičke izdržljivosti materijala, otpornosti na povišene temperature, otpornosti trošenje. Nitrokarburiranjem se povisuje korozijska postojanost. Nitrokarburiranje je toplinsko-kemijski postupak modifikacije površine koji, zbog svoje primjene, nedvojbeno ima perspektivnu i dugu budućnost.

Jedan od najpoznatijih postupaka nitrokarburiranja u Europi je TENIFER postupak koji je, u cilju postizanja što više kvalitete nitriranog sloja, doživio niz promjena u svom razvoju. Neke od glavnih promjena u razvoju tog postupka su znatno sniženje udjela cijanida u kupci (čime se bitno smanjilo štetno djelovanje na okoliš) i hlađenje dijelova u solnoj kupci AB1. Hlađenjem nitrokarburiranih dijelova u kupci AB1 postignuta je oksidacija cijanida, te otpadne vode ne treba neutralizirati. Daljnje usavršavanje postupka TENIFER predstavlja postupak TENIFER QPQ pri kojemu se dijelovi nakon hlađenja u kupki AB1 poliraju, te potom ponovno oksidiraju u istoj kupki. Tim se modificiranim postupkom, uz jednako dobru otpornost na trošenje, bitno povisuje antikorozivnost.

TENIFER QPQ je postupak naknadne oksidacije koji će detaljnije biti opisan u dalje u radu i koji se provodi nakon nitrokarburiranja površine. Naknadna oksidacija u postupku TENIFER QPQ se izvodi u u solnoj kupki AB1. Za vrijeme naknadne oksidacije pore, u zoni spojeva, se djelomično popunjavaju željeznim oksidima, također se stvara vrlo tanak film oksida i čime se poboljšava kemijska postojanost. Ovo poboljšanje omogućuje i duži vijek trajanja dijelova i alata. Naknadna oksidacija se provodi u temperaturnom rasponu od 350 do 400 °C. Uz usporenuje ohlađivanja nitrokarburiranih dijelova pridonosi na njihovoj dimenzijskoj stabilnosti. Primjena AB1 kupke ima i druge prednosti: značajan porast korozijske postojanosti i bolja tribološka svojstva obradaka.

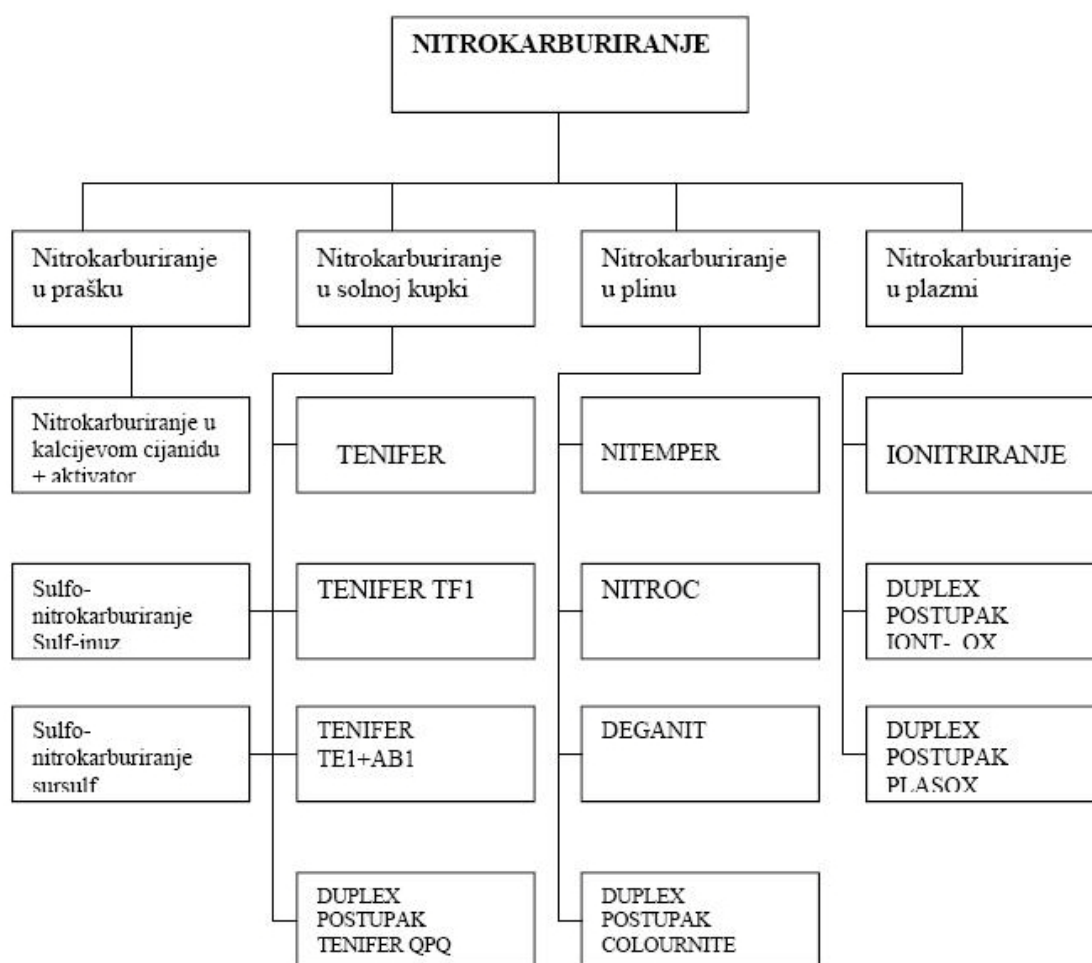
U radu će se opisati, dosadašnje spoznaje o učincima naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika na svojstva površinskog sloja. U eksperimentalnom dijelu rada biti će provedeno ispitivanje u cilju utvrđivanja optimalnih parametara naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika kojima se postiže najbolja korozijska postojanost i otpornost na trošenje. Ocjena i tumačenje učinkovitosti parametara naknadne oksidacije biti će određeni na osnovu ispitivanja tvrdoće i mikrostrukture, ispitivanja korozijske postojanosti (elektrokemijskim i ostalim metodama) i triboloških ispitivanja.

## 2. NITROKARBURIRANJE U PLINU ILI PLAZMI S NAKNADNOM OKSIDACIJOM

Budući da značajno poboljšava različita svojstva kod obradaka, nitrokarburiranje je široko primjenjivo u proizvodnji strojnih dijelova i alata. Neki od značajnijih postupaka nitrokarburiranja bez naknadne oksidacije su:

- a) nitriranje u plinu
- b) ionsko nitriranje
- c) nitrokarburiranje u plinu
- d) nitrokarburiranje u solnim kupkama

Podjelu postupaka nitrokarburiranja s komercijalnim nazivima pojedinih proizvođača prikazuje slika 1.



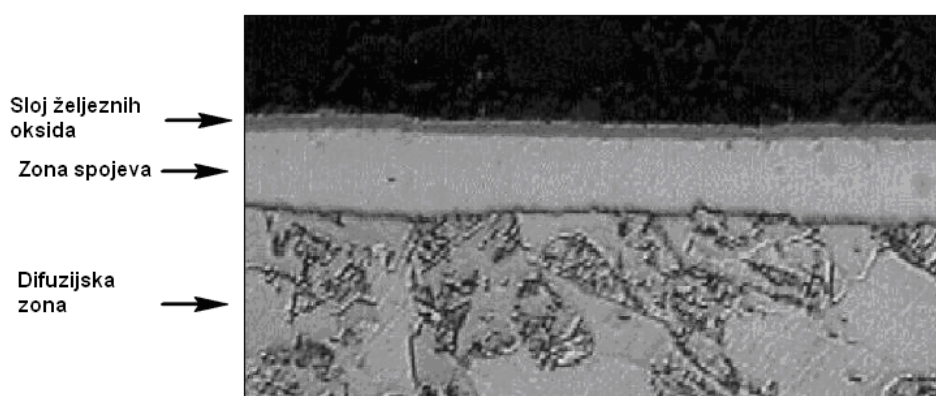
**Slika 1.** Pregled postupka nitrokarburiranja [3]

Od postupaka nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom svakako vrijedi izdvojiti tri tipa naknadne oksidacije sa odgovarajućim komercijalnim nazivima:

- a) nitrokarburiranje u plinu s naknadnom oksidacijom ( postupak Colournite )
- b) nitrokarburiranje u plazmi s naknadnom oksidacijom ( postupci PLASOX® i INOT-OX® )
- c) nitrokarburiranje u kupci s naknadnom oksidacijom ( npr. TENIFER – QPQ )

## 2.1. Nitrokarburiranje u plinu s naknadnom oksidacijom –postupak COLOURNITE®

Postupak Colournite® je kratkotrajni postupak nitrokarburiranja u plinu s naknadnom oksidacijom. Razvila ga je tvrtka "Brunkens" u suradnji s tvrtkom "SKF" i "AGA". Naziv "Colournite" postupak je dobio zbog toga što nakon nitrokarburiranja primjenjujući razne metode naknadne oksidacije površina obratka može biti crne, žuto-zelene, srebrne ili plave boje. Proces se izvodi na temperaturi od 450 °C u mješavini plinova sastava  $\text{NH}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2 + (\text{zrak} / \text{N}_2\text{O} / \text{H}_2\text{O})$ . Budući da se plinovi u peć uvode zasebno, automatskom regulacijom parametara postupka i regulacijom plinske atmosfere moguće je utjecati na sastav i dubinu zone spojeva. Kombinacijom nitrokarburiranja i naknadne oksidacije značajno se povećava korozijska postojanost, a debljina oksidnog sloja iznosi od 1 do 2  $\mu\text{m}$ . Na slici 2 vidi se struktura rubnog sloja nakon postupka Colournite primjenjenog na podeutektoidnom čeliku. Na slici 3 prikazano je postrojenje za postupak Colournite.



**Slika 2.** Površinski sloj nakon postupka COLOURNITE® i naknadne oksidacije [6]



**Slika 3.** Linijski poredane peći u postupku COLOURNITE® [10]

## 2.2. Nitrokarburiranje u plazmi s naknadnom oksidacijom - postupak PLASOX®

Postupak Plasox® je razvijen u Austriji u tvrtki "RÜBIG GmbH & CO KG ". Proces nitrokarburiranja se provodi na temperaturi od 500 – do 580 °C u vakumskoj komori pri tlaku od 1 do 9 mbar (slika 4) . Kasnija oksidacija izvodi se u istoj vakumskoj komori, a kao rezultat se na površini obratka dobiva čisti magnetit  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Taj naknadni postupak oksidacije provodi se kontrolirano u trajanju od 30 do 60 minuta ovisno o tome koliku debljinu oksidnog sloja želimo postići pri čemu izbjegavamo nastajanje  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  spoja.

Osnovne karakteristike postupka PLASOX® su sljedeće :

- niska temperatura obrade ( 500 –580 °C ),
- kontrolirano postizanje zone spojeva i oksidnog sloja,
- nema zagađivanja okoliša,
- mogućnost automatizacije procesa,
- mogućnost djelomičnog nitrokarburiranja i oksidacije upotrebom jednostavnih prekrivala,
- lijepi izgled površine ( željezni oksid daje lijepu plavu boju ).



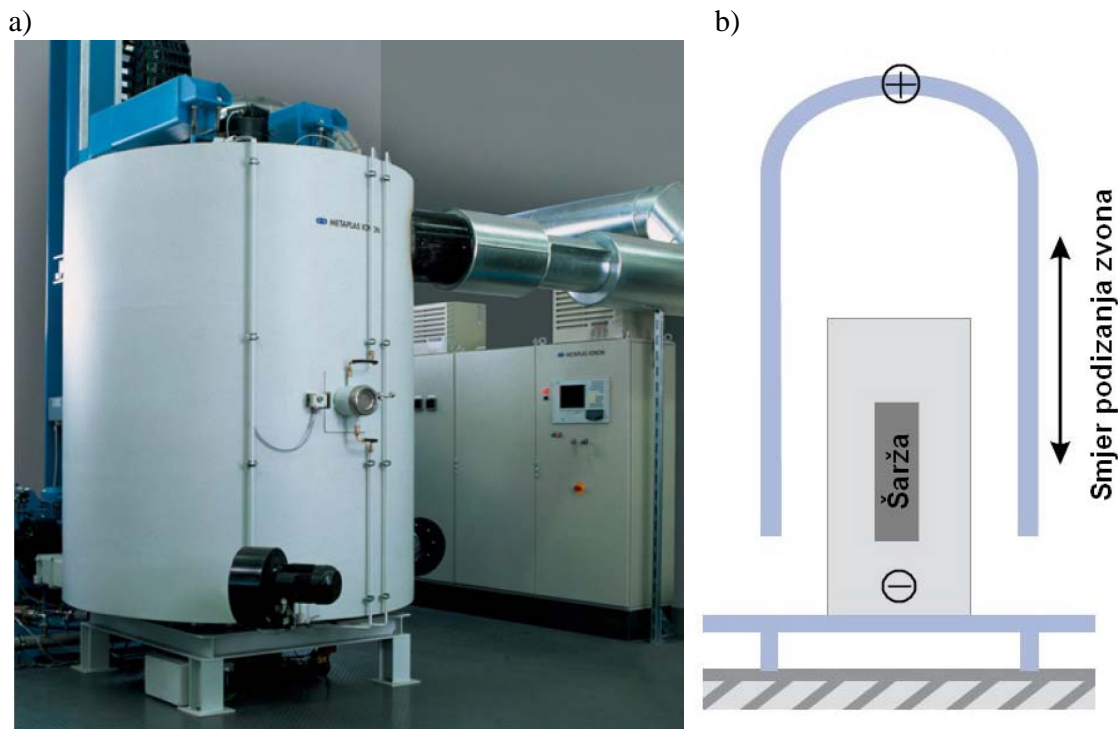
**Slika 4.** Sustav za ugrijavanje i hlađenje kod postupka PLASOX® [9]

## 2.3. Nitrokarburiranje u plazmi s naknadnom oksidacijom - postupak IONIT-OX®

Ovaj postupak razvijen je 2001. godine suradnjom njemačkih tvrtki „Metaplas-Ionon GmbH“ i „EuroFlam GmbH“. Kontroliranim procesom naknadne oksidacije nakon nitrokarburiranja postiže se vrlo visoka otpornost prema koroziji. Ovaj postupak je ekološki dobro prihvatljiv te se stoga sve više primjenjuje. Postupak IONIT-OX® provodi se na temperaturi od 500 do 580 °C kroz tri koraka koja obuhvaćaju nitriranje i/ili nitrokarburiranje u plazmi u kombinaciji sa ionskom aktivacijom i naknadnom oksidacijom. U prvom se koraku stvara difuzijska zona debljine od 200 do 500 µm i zona spojeva debljine 15 do 30 µm. U drugom koraku se ionskom aktivacijom provodi modifikacija površine zone spojeva, a u trećem koraku se provodi oksidacija. Oksidacijom se na površini obratka dobiva od 1 do 3 µm deo sloj željeznog oksida  $Fe_3O_4$ . Sloj tog željeznog oksida je gust i kompaktan i zahvaljujući njemu obratci imaju vrlo visoku otpornost na koroziju. Na slici 5 prikazana je zvonasta peć za nitrokarburiranje u plazmi s naknadnom oksidacijom za postupak IONIT-OX®, a na slici 6 linija peći sa plazmom za postupak IONIT-OX®.

Primjenom postupka IONIT-OX® postižu se sljedeća svojstva:

- dobra otpornost prema koroziji,
- visoka površinska tvrdoća,
- dobra klizna i tarna svojstva,
- povećana otpornost prema umoru materijala,
- nema galvanske korozije u spoju s aluminijem,
- atraktivan vizualni izgled.



**Slika 5.** a) Zvonasta peć tvrtke „Sulzer“ s automatskom regulacijom temperature za postupak IONIT-OX®

b) shema izvedbe peći [11]

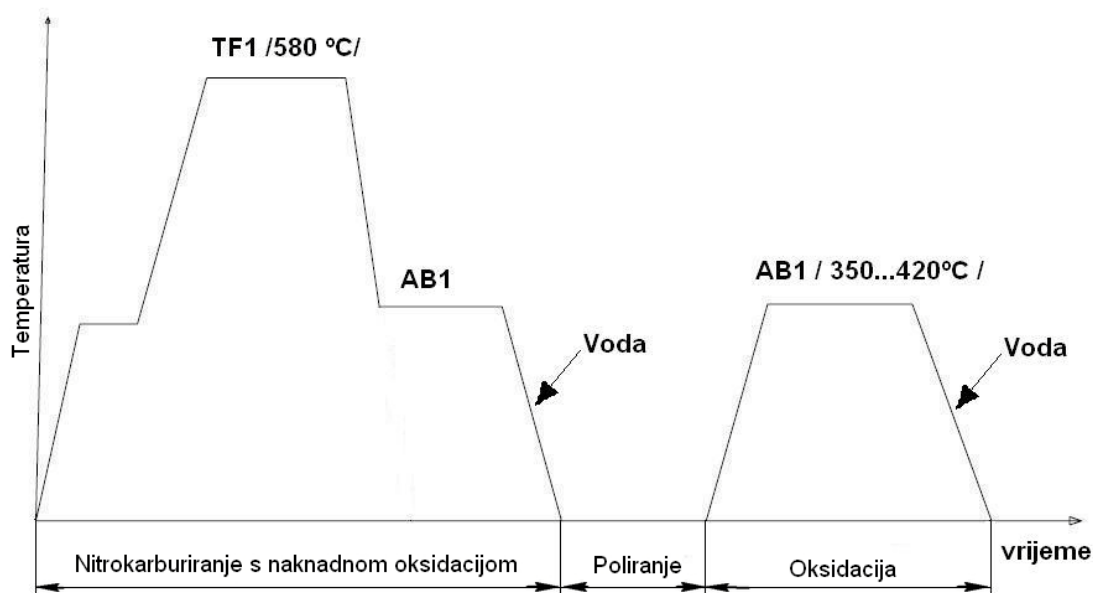




**Slika 6.** Linija peći za nitriranje u plazmi plinova postupkom IONIT-OX® [11]

### 3. NITROKARBURIRANJE U KUPKI S NAKNADNOM OKSIDACIJOM – POSTUPAK TENIFER QPQ

TENIFER QPQ je komercijalni naziv za postupak nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom u solnim kupkama.



**Slika 7.** Dijagram postupka nitrokarburiranja sa i bez naknadne oksidacije [1]

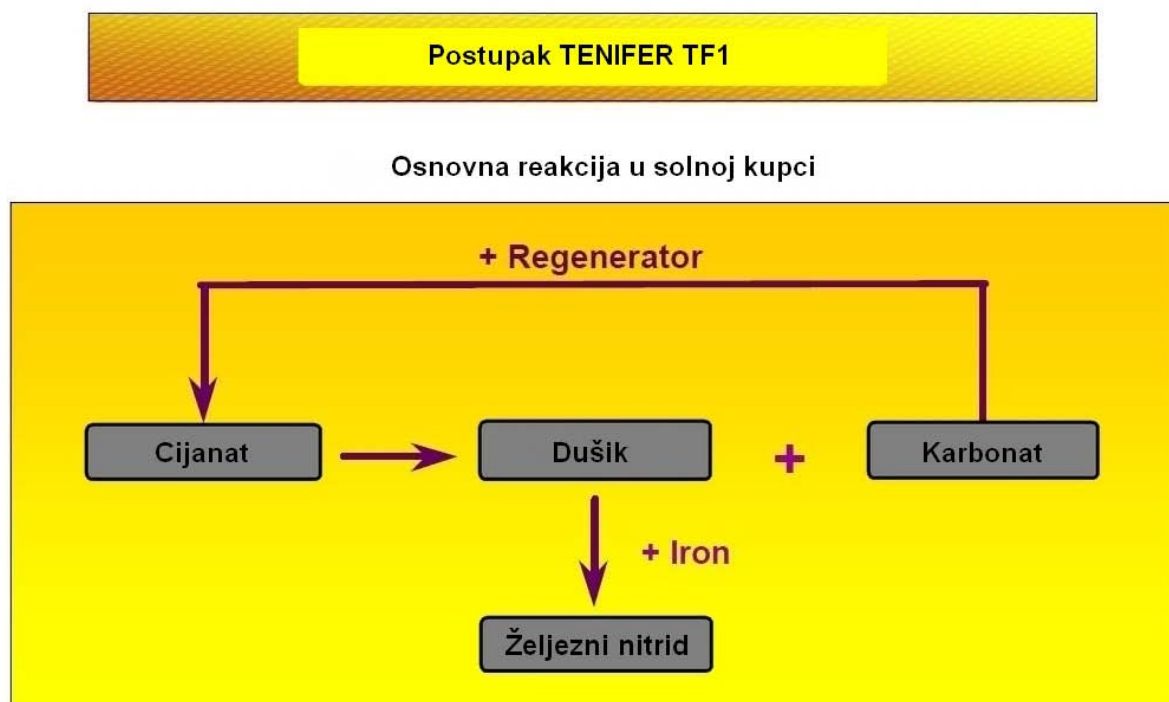
Na slici 7. prikazan je dijagram postupka nitrokarburiranja u solnoj kupki sa naknadnom oksidacijom s uobičajenim rasponom vrijednosti radnih parametara. Postupkom nitrokarburiranja (kao i nitriranjem) postiže se povećanje: tvrdoće, dinamičke izdržljivosti, otpornosti na trošenje (posebno adhezijsko), otpornosti na koroziju (u atmosferi i slanoj vodi), na povišene temperature (do 550 °C) uz male ili zanemarive deformacije obratka. Nitrokarburiranje s naknadnom oksidacijom čini još jedan korak dalje u poboljšanju navedenih svojstava te će se u ovom dijelu detaljnije opisati svojstva čelika nakon nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom postupkom TENIFER QPQ.

### 3.1. Parametri izvođenja postupka TENIFER QPQ

Složeni postupak TENIFER QPQ sastavljen je od tri faze: nitrokarburiranja u solnoj kupci TF1, poliranja obradaka i naknadne oksidacije u kupci AB1. Nitrokarburiranje se provodi na 580 °C. Solna kupka za postupak TENIFER sastoji od alkalnih cijanata i alkalnih karbonata u loncu od titana. Aktivni konstituent je alkalni cijanat. Tijekom nitrokarburiranja, alkalni karbonat se stvara uslijed reakcije solne kupke i površine obratka. Sastav solne kupke se mijenja veoma sporo. Kontinuiranim dodavanjem polimernog regeneratora u kupku, karbonat, koji je prdukt razlaganja, biva recikliran direktno u kupki u aktivni cijanat (slika 8). Kako nema promijene u volumenu, dio kupke ne mora biti izvađen pri regulaciji sastava kupke. Slijed postupka nije kompliciran. Nakon kratkog čišćenja i predgrijavanja na zraku na temperaturi od 350 do 400 °C, obratci se nitrokarburiraju u kupci TF1, uglavnom u trajanju od 1 do najviše 8 sati. Temperatura postupka je uobičajeno 580 °C. U specijalnim slučajevima je moguća niža (480 °C) ili viša temperatura (630 °C).

Nakon nitrokarburiranja obratci se mogu hladiti u vodi odnosno zraku (uobičajeni postupak TENIFER) ili u oksidativnoj kupci AB1 (TENIFER Q). Hlađenje u oksidativnoj kupci AB1 uz njihovo kratkotrajno zadržavanje na temperaturi između 350 do 420 °C u trajanju 10 do 30 min ima povoljan utjecaj na smanjenje zaostalih naprezanja.

Daljnje hlađenje na sobnu temperaturu se obavlja na zraku ili vodi. Kako je oksidiranje cijanata i njegovo uklanjanje sa nitriranog dijela učinjeno u kupki AB1, otpadna voda za hlađenje i pranje ne treba biti neutralizirana da bi se mogla ispustiti u okoliš. Stoga, štetno djelovanje na okoliš je smanjeno ako se uspoređi sa običnim postupkom TENIFER nitrokarburiranja gdje je bilo nužno neutraliziranje otpadne vode. Daljnje usavršavanje postupka, nakon hlađenja u kupki AB1 i nakon toga na zraku ili vodi, uključuje poliranje dijelova i ponovno oksidiranje u istoj kupki. Ovaj proces je nazvan TENIFER QPQ.

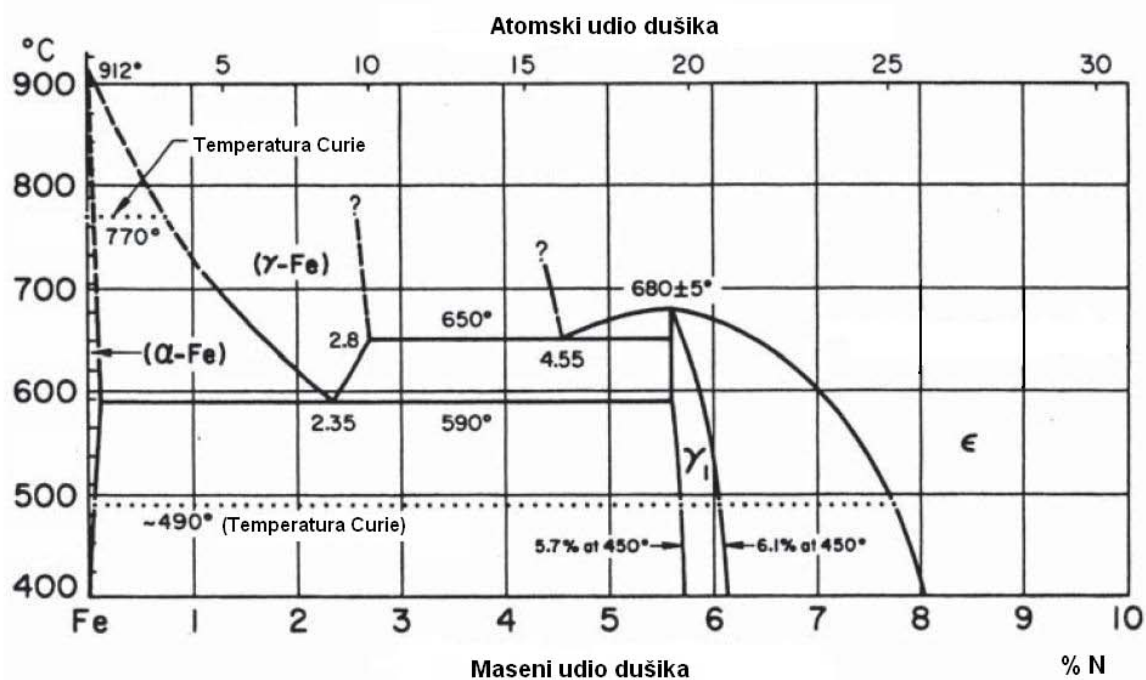


**Slika 8.** Shematski prikaz osnovnih reakcija u solnoj kupci TF1 [6]



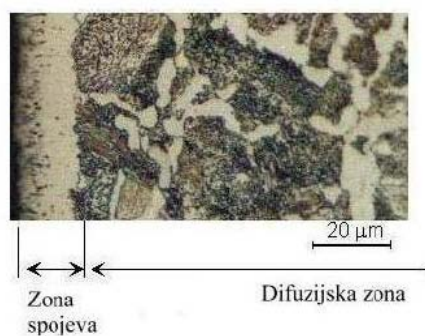
### 3.2. Stvaranje rubnog sloja

Nitrokarburirani sloj općenito se sastoji, idući od površine prema jezgri, od zone spojeva (debljine 5 do 20  $\mu\text{m}$ ) i difuzijske zone. U zoni spojeva zbog visokog sadržaja dušika nastaju karbonitridi i/ili nitridi ( $\text{Fe}_4\text{N}$ ,  $\text{Fe}_{2-3}\text{N}$ ,  $\text{Fe}_x(\text{C},\text{N})$ ). Nastanak i vrste nitrida ovise o aktivitetu solne kupke i koncentraciji dušika u kupci, prema ravnotežnom dijagramu stanja Fe-N (slika 9). Struktura zone spojeva bitno se razlikuje od ostalog područja (kemijskim sastavom, svojstvima, izgledom) (slika 10). Difuzijska zona nastavlja se na zonu spojeva i sadrži osim elemenata N,C,O u čvrstom ili djelomično precipitiranom stanju, dovedene u materijal tijekom nitrokarburiranja i nitride. Sporim hlađenjem s temperature nitrokarburiranja ili naknadnim ugrijavanjem čelika (namjerno ili u postupku postoksidacije) moguće je difuzijsku zonu uočiti zbog izlučivanja igličastih nitrida i karbonitrida (slika 10.b).



Slika 9. Ravnotežni dijagram stanja Fe-N [7]

TENIFER



a)

TENIFER QPQ



b)

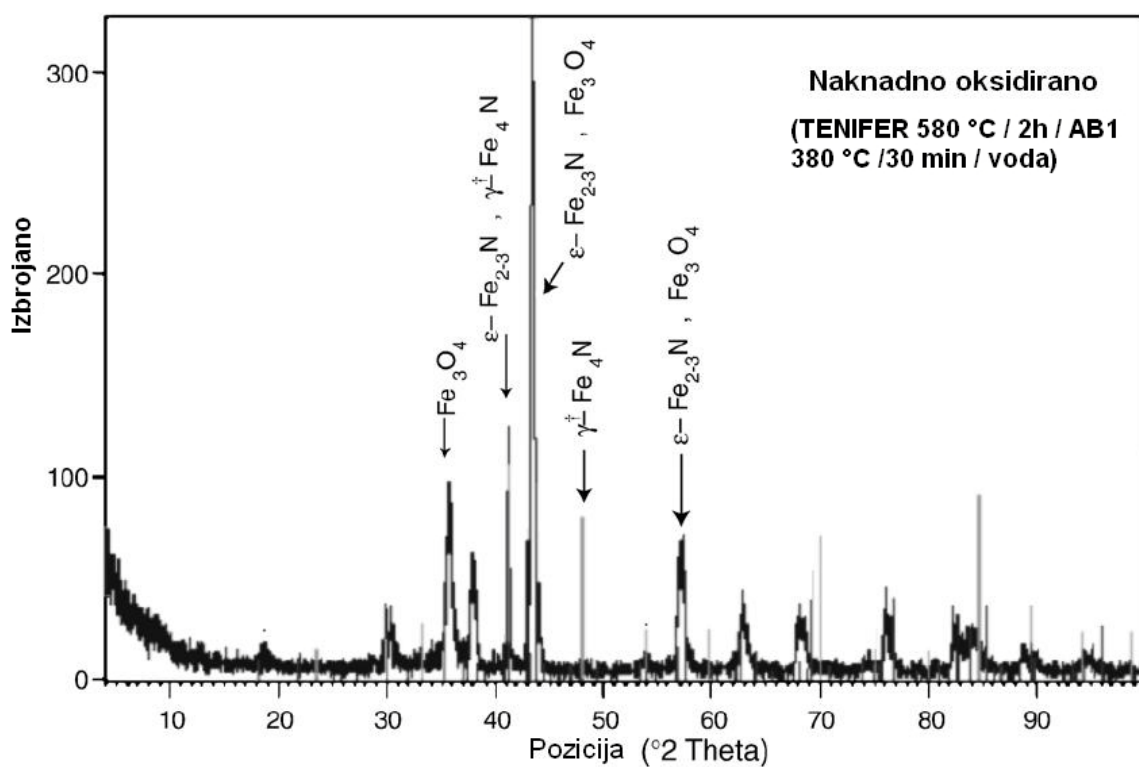
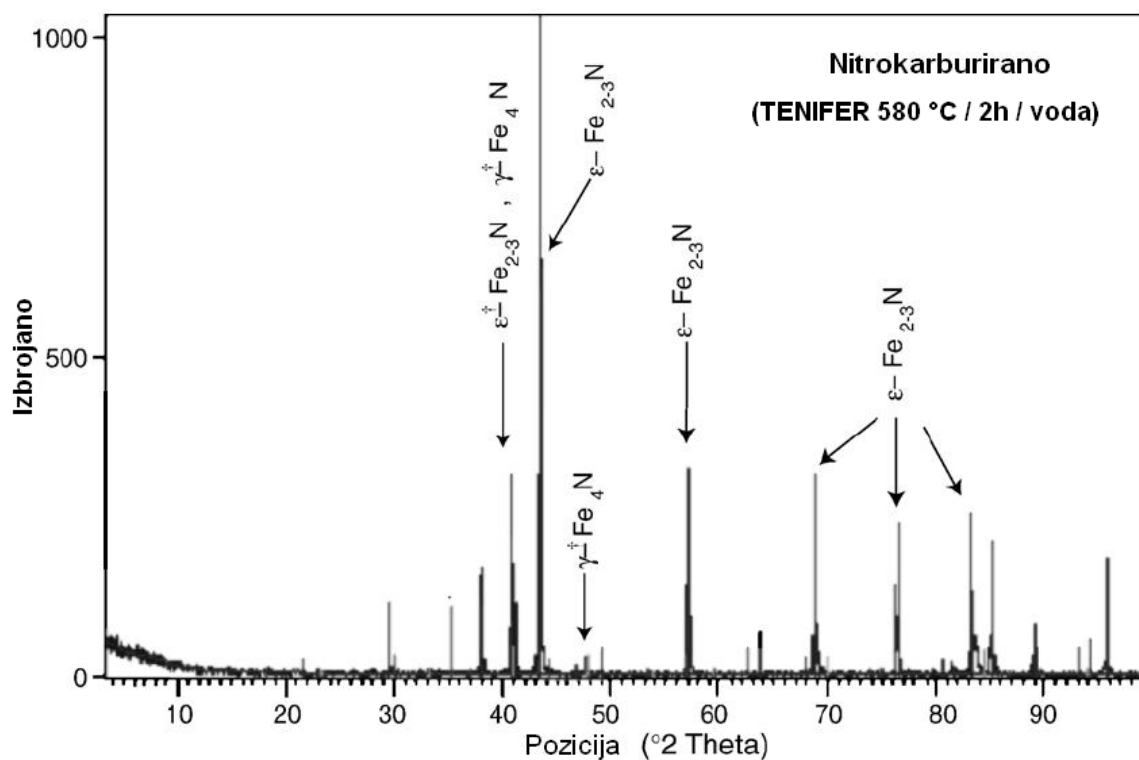
**Slika 10.** Mikrostruktura rubnog sloja čelika Ck45 u nagriženom stanju (3% NITAL) nakon:

a) nitrokarburiranja postupkom TENIFER (TF1 580 °C / 2 h / voda)

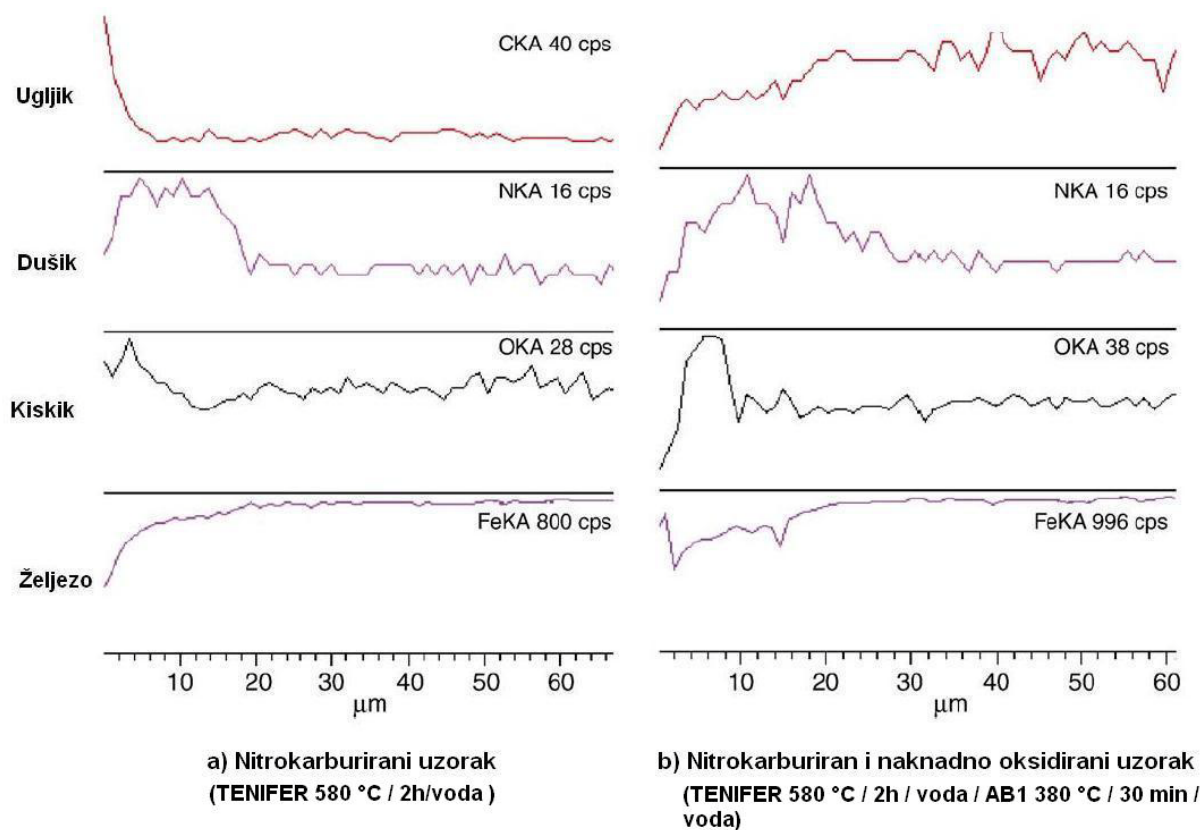
b) nitrokarburiranja i naknadne oksidacije (postupak TENIFER QPQ) [1]

Optimalnim izborom parametara rada kupka AB1 na zoni spojeva stvorit će se željezni oksid tipa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  kao što to pokazuju difraktogrami na slici 11. Ispod sloja  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , rentgenskom difrakcijom utvrđeno je prisustvo željeznih nitrida tipa  $\epsilon\text{-Fe}_{2-3}\text{N}$  i  $\gamma'\text{-Fe}_4\text{N}$ . Kod uzoraka koji su bili samo nitrokarburirani u zoni spojeva su nastali samo  $\epsilon$  i  $\gamma'$  nitridi bez prisustva željeznih oksida.

Na slici 12. prikazana je raspodjela dušika, ugljika, kisika i željeza nakon nitrokarburiranja s i bez naknadne oksidacije. Vidljivo je da sadržaj dušika i ugljika u nitrokarburiranom uzorku kontinuirano opada od površine ka jezgri. To je posljedica difuzije dušika u čeliku. Također je očito da se radijacijska emisija mijenja ovisno o sadržaju pokazujući malo povišenje samo pri samoj površini uzoraka. Za naknadno oksidiran uzorak povišenje sadržaja kisika je snimljeno u površini jezgre do dubine od 6  $\mu\text{m}$ , u usporedbi sa većim dubinama gdje nije primjećeno povišenje sadržaja kisika. Čini se da se u postupku nitrokarburiranja sa naknadnom oksidacijom, popunjavaju pore zone spojeva u dubini oko 5 do 10  $\mu\text{m}$ . U isto vrijeme se stvara kompaktan sloj oksida na samoj površini uzorka.



**Slika 11.** Rezultati rentgenske difrakcije površine ispitnih uzoraka obrađenih postupkom nitrokarburiranja TENIFER sa i bez naknadne oksidacije [5]



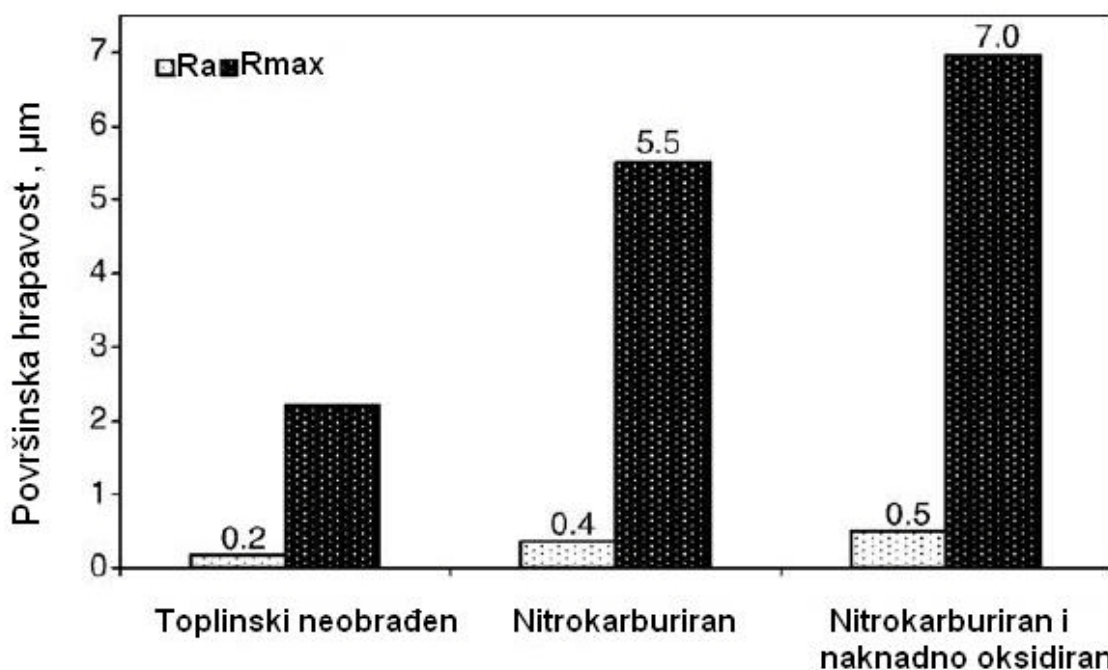
**Slika 12.** EDX analiza kemijskog sastava po dubini rubnog sloja ispitnih uzoraka nakon nitrokarburiranja postupkom TENIFER s i bez naknadne oksidacije [5]

### 3.3. Učinci postupka TENIFER QPQ u solnoj kupci AB1 na tribološka svojstva površinskog sloja

Dosadašnja ispitivanja su pokazala da postupak TENIFER QPQ u solnoj kupci AB1 povećava površinsku hrapavost obratka koja se smanjuje postupkom poliranja. Također nakon postupka nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom se neznatno snižava mikrotvrdoća u rubnom sloju u odnosu na samo nitrokarburirani uzorak.

#### 3.3.1. Hrapavost površine

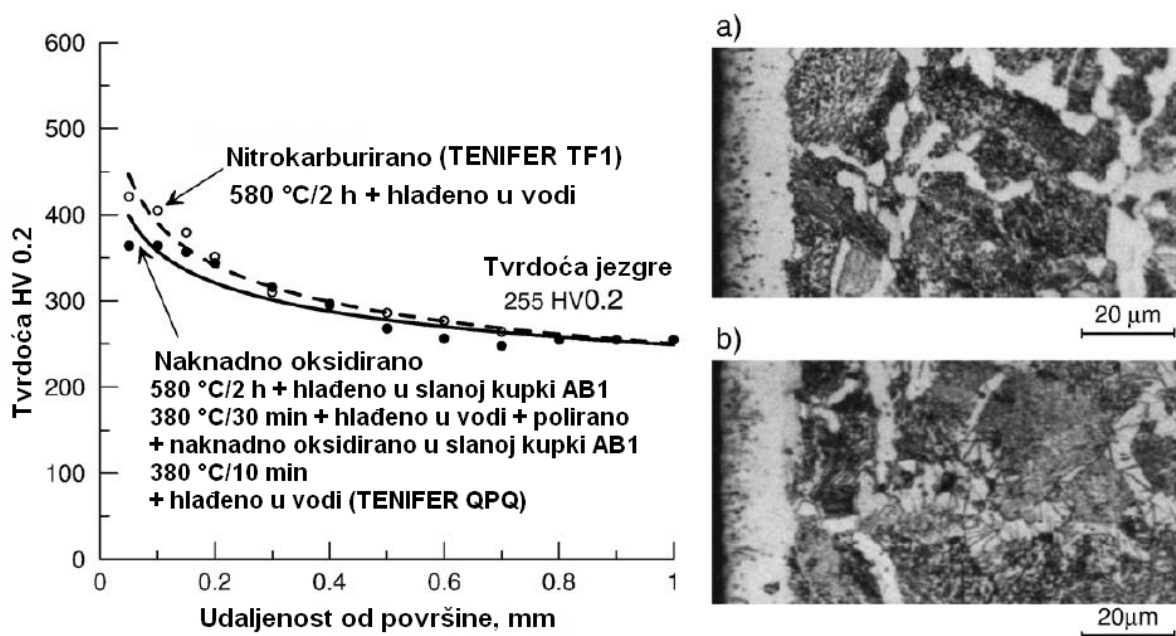
Slika 13. pokazuje srednju vrijednost hrapavosti ( $R_a$ ,  $\mu\text{m}$ ) i maksimalnu vrijednost hrapavosti ( $R_{\text{max}}$ ,  $\mu\text{m}$ ) kod toplinski neobrađenog, nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog uzorka od ugljičnog čelika C45. Površinska hrapavost naknadno oksidiranog uzorka je veća od površinske hrapavosti nitrokarburiranog uzorka. Poroznost sloja raste sa naknadnom oksidacijom i čini površinu koja se modificira višom nego kod nitrokarburiranog uzorka. To nas dovodi do zaključka da se nakon nitrokarburiranja određenog strojnog dijela mora primijeniti postupak poliranja.



**Slika 13.** Vrijednosti parametara hrapavosti površine ( $R_{\text{max}}$ ,  $R_a$ ) za ispitne uzorke načinjene od čelika Ck45 u toplinski neobrađenom stanju, poslije TENIFER postupka i poslije TENIFER QPQ postupka [2]

### 3.3.2. Mikrotvrdoća

Primjer raspodjele mikrotvrdoće u poprečnom presjeku nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog uzorka prikazuje slika 14. Iz rasporeda tvrdoće određena je efektivna dubina nitiranja od otprilike 0,45 mm. Ukupna dubina nitiranja nitrokarburiranih uzoraka s i bez naknadne oksidacije je oko 0,60 mm. Međutim postoje razlike u mikrotvrdoći uz samu zonu spojeva. Nitrokarburirani uzorak ima veću tvrdoću, od naknadno oksidiranog uzorka, za 40 HV 0,2. Ovo se može objasniti različitim fazama hlađenja nakon postignute temperature nitrokarburiranja. Nitrokarburirani uzorci su hlađeni vrlo sporo u AB1 slanoj kupki. Niske faze hlađenja postignute u slanoj kupki sa zadržavanjem temperature od 350 °C tokom 10 minuta rezultira precipitacijom nitrida u difuzijskoj zoni. Držeći nitrokarburirani čelik na 350 °C u oksidirajućoj kupki, dio otopljenog dušika se izdvaja iz željezne rešetke ulazeći u spojeve nitrida u difuzijskoj zoni.



**Slika 14.** Raspodijela tvrdoće i mikrostruktura sloja uz površinu ispitivanih uzoraka načinjenih od čelika razreda C45 poslije nitrokarburiranja:

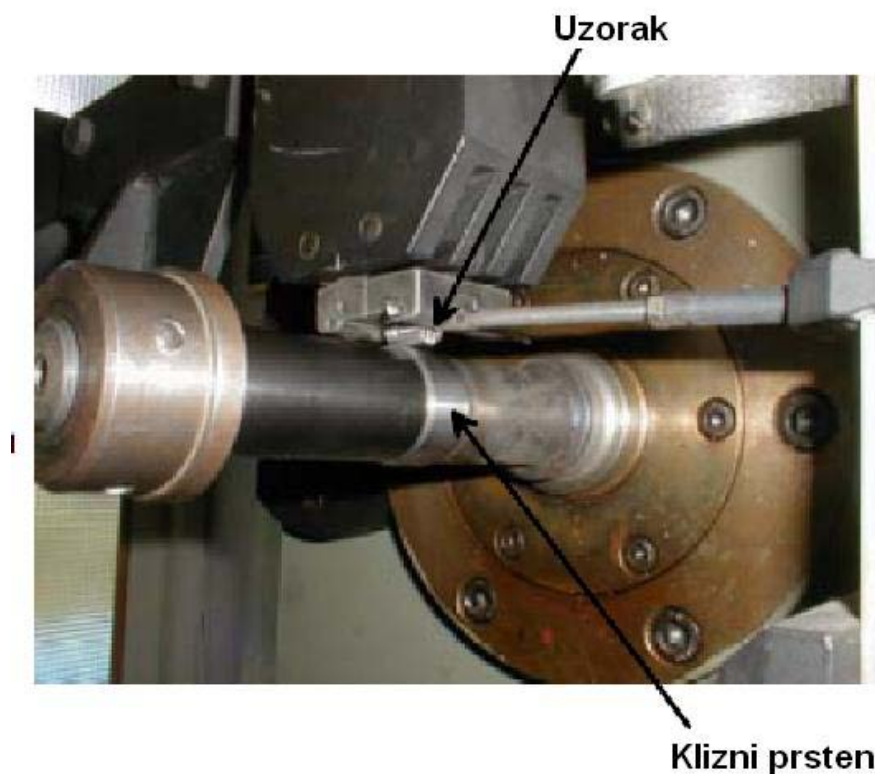
- a) poslije nitrokarburiranja
- b) poslije nitrokarburiranja i naknadne oksidacije [2]



### 3.3.3. Faktor trenja i otpornost na adhezijsko trošenje

Adhezijsko trošenje karakterizira prijelaz materijala s jedne tarne plohe na drugu pri relativnom gibanju, a zbog procesa zavarivanja čvrstih faza. Budući da se u prvoj fazi adhezijskog mehanizma trošenja uspostavljaju mikrozavareni spojevi, sklonost stvaranju tih spojeva i jakost uspostavljenih adhezijskih veza određivat će se otpornost na adhezijsko trošenje (uvijek za tarni par, a ne za pojedinačni materijal). Materijali koji nisu skloni mikrozavarivanju u međusobnom dodiru su tribološki kompatibilni, tj. prikladni za rad u paru. Prema tome, osnovni kriterij za ocjenu otpornosti na adhezijsko trošenje materijala tribopara je njihova tribološka kompatibilnost.

Faktor trenja i otpornost na adhezijsko trošenje se ispituju na uređaju prikazanom na slici. Na uređaju se uspostavlja sila koja je za vrijeme ispitivanja konstantna i uobičajeno iznosi 98,1 N.



**Slika 15.** Uređaj za ispitivanje faktora trenja i otpornosti na adhezijsko trošenje [2]

Na slici 16 prikazani su rezultati ispitivanja faktora trenja za ispitne uzorke s tri različita stanja: a) Toplinski neobrađeno

b) Nitrokarburirano (TENIFER TF1) 580 °C/2h + hlađeno u vodi

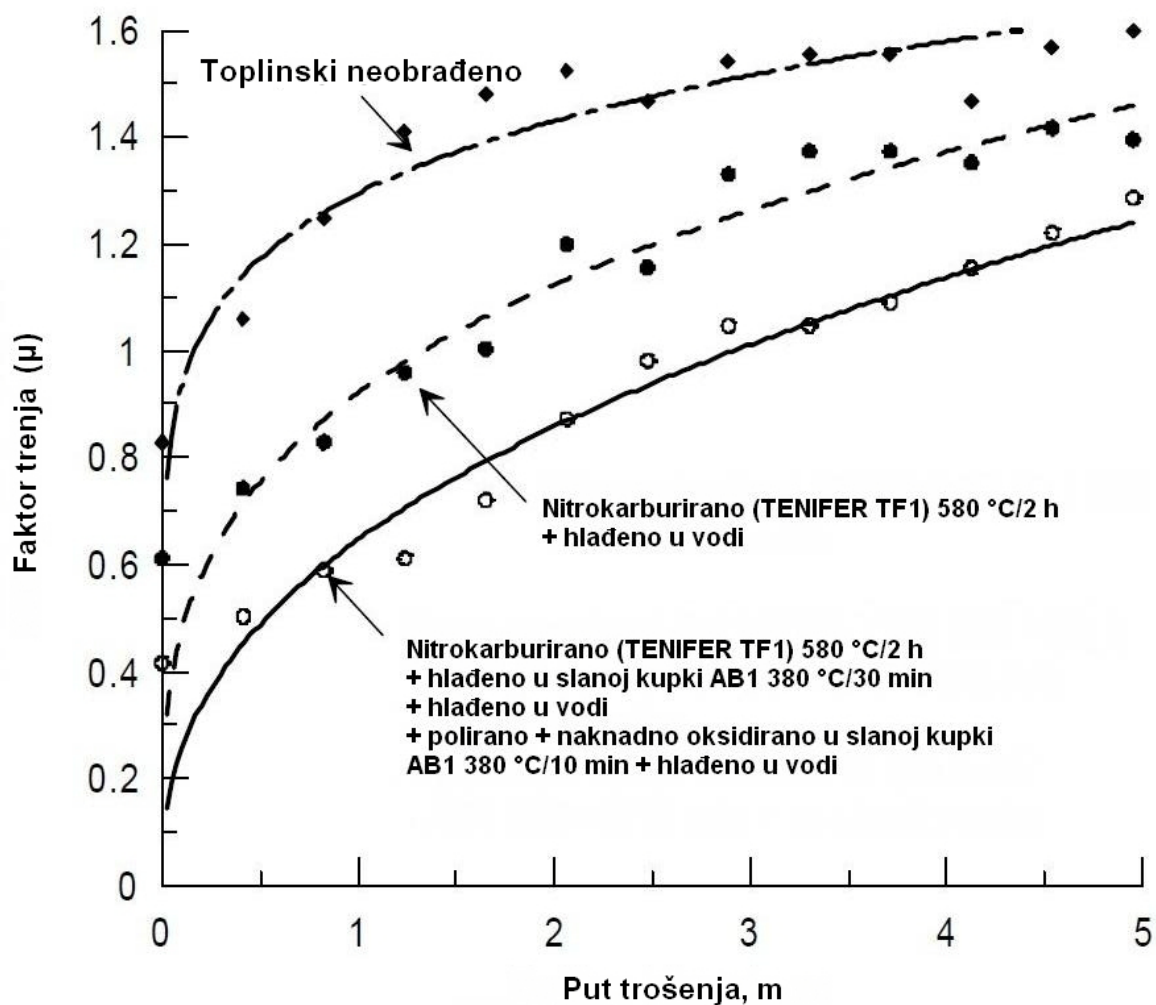
c) Nitrokarburirano (TENIFER TF1) 580 °C/2h + hlađeno u vodi

+ hlađeno u slanoj kupci AB1 380 °C/30 min

+ hlađeno u vodi

+ polirano + naknadno oksidirano u slanoj kupci AB1 380 °C/10 min

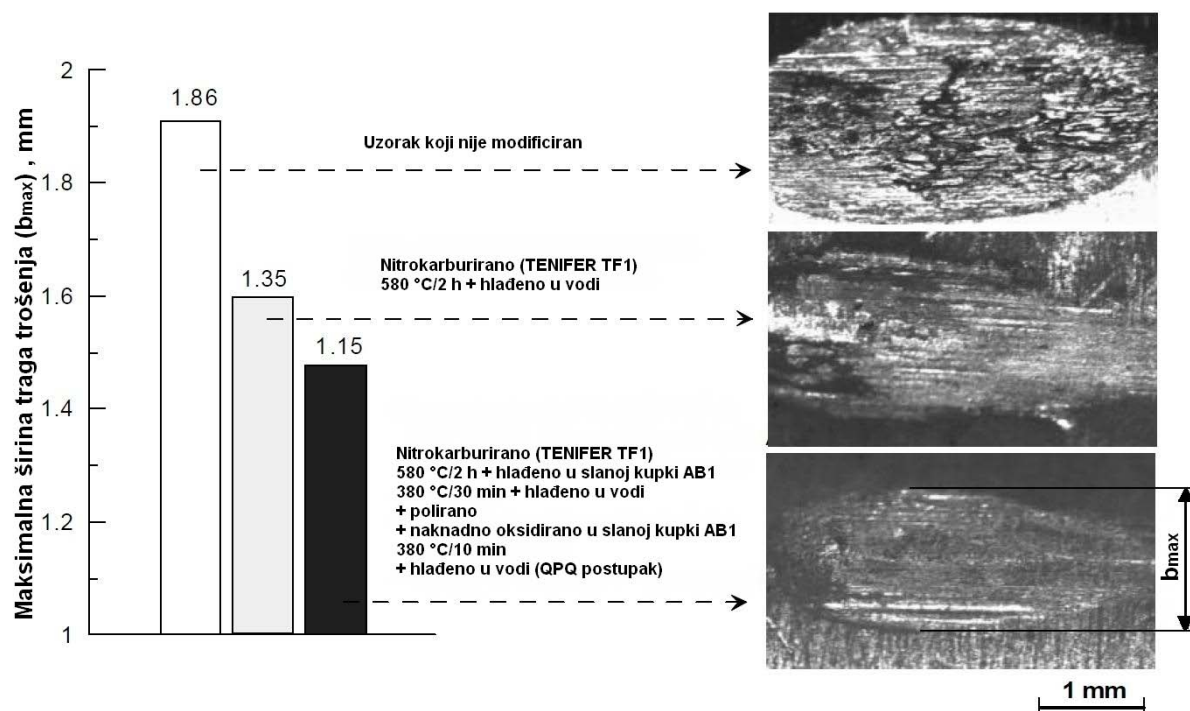
+ hlađeno u vodi



**Slika 16.** Faktori trenja za tri vrste uzoraka uz postavke sile na  $F_n = \text{const.} = 98,1 \text{ N}$  i brzinu klizanja na  $v = 0.055 \text{ m/s}$  [2]

Od tri vrste uzoraka koji su bili izloženi ispitivanju na adhezijsko trošenje najbolju otpornost trošenju je pokazao uzorak koji je bio nitrokarburiran i naknadno oksidiran te je njegova širina traga trošenja bila najmanja. Uzorak koji je bio nitrokarburiran je imao nešto veću širinu traga trošenja, dok je uzorak koji nije bio modificiran pokazao najlošiju otpornost na trošenje sa osjetno većom širinom traga trošenja od predhodna dva uzorka (slika 17).





**Slika 17.** Otpornost na trošenje ispitivana na tri različita uzorka nakon 3 min ispitivanja sa postavljenom silom od  $F_n = \text{const.} = 98.1 \text{ N}$  i brzinom klizanja od  $v = 0.055 \text{ m/s}$  [2]

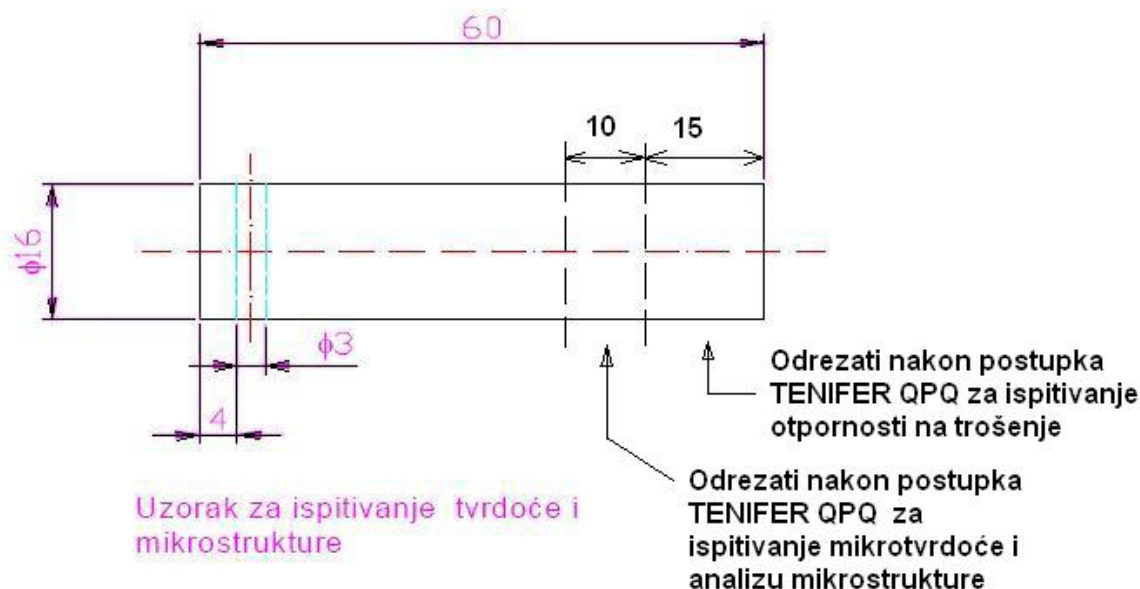
## **EKSPERIMENTALNI DIO**

## 4. ISPITNI UZORCI I PLAN POKUSA

### 4.1. Izbor materijala i izrada ispitnih uzoraka

U eksperimentalnom dijelu rada će se isplanirati i provesti ispitivanja o utjecajnosti parametara naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika postupkom Tenifer QPQ na kvalitetu površine, otpornost na trošenje adhezijom i faktor trenja. Uzorci su izrađeni od čelika Ck45. Provedena su ispitivanja tvrdoće, analiza mikrostrukture, ispitivanja otpornosti trošenja na uzorcima sa i bez naknadne oksidacije u kupki AB1 uz različite kombinacije temperature i trajanja oksidacije.

Svi uzorci su fino tokareni i brušeni na kvalitetu površine N5 s ciljem postizanja jednolične površinske hrapavosti i čistoće. Na slici 18 su prikazani uzorci korišteni za ispitivanja u radu. Na uzorcima je izbušen provrt radi lakše provedbe nitrokarburiranja i naknadne oksidacije.

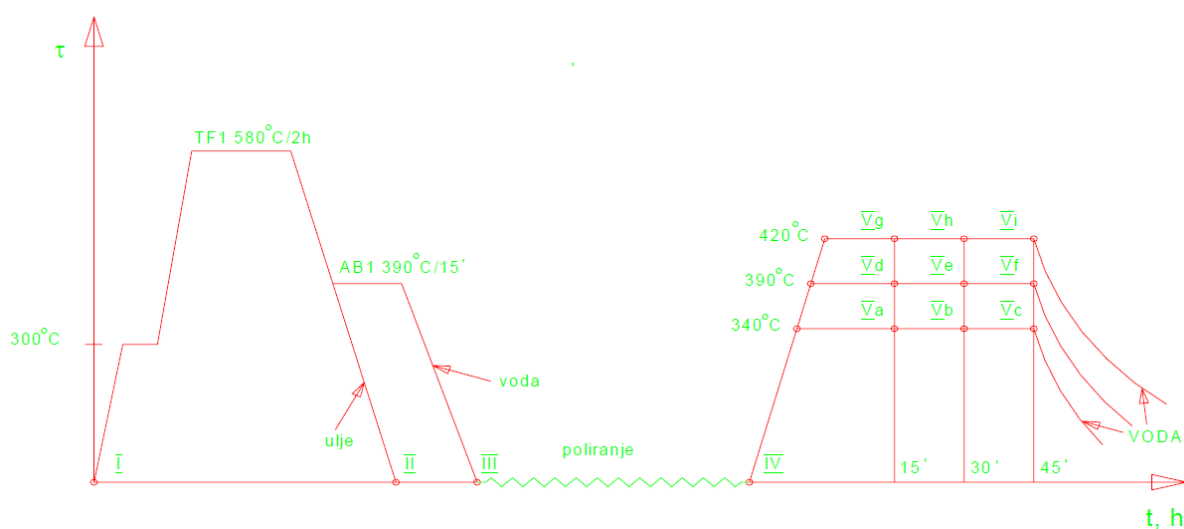


**Slika 18.** Oblik i dimenzije ispitnih uzoraka od čelika Ck45 za ispitivanje utjecaja naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika

## 4.2. Plan pokusa

Prema planu pokusa najprije je provedena toplinska obrada ispitnih uzoraka. Uzorci su podijeljeni u grupe i svaka je grupa toplinski obrađena do stanja prema slici 19. Oznake uzoraka prema ovim stanjima navedene su u tablici 1. Sva ispitivanja (hrapavosti, mikrostrukture, mikrotvrdoće i otpornosti na trošenje) provest će se sa ukupno 11 različitih stanja ispitnih uzoraka prema dijagramu na slici 19. Ispitni uzorci korišteni u radu označeni su kako je navedeno u tablici 1. U cilju utvrđivanja utjecaja parametara naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika na otpornost trošenju na pripremljenim uzorcima su provedena ispitivanja tvrdoće, mikrostrukture, hrapavosti površine, faktora trenja i otpornosti na adhezijsko trošenje.

Dijagram postupka:



Stanje I – toplinski neobrađen čelik

Stanje II – nitrokarburirano 580°C / 2h / ulje

Stanje III – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda

Stanje IV – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano

Stanje Va – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / / voda

Stanje Vb – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 30min. / voda

Stanje Vc – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 45min. / voda

Stanje Vd – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 15min. / voda

Stanje Ve – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 30min. / voda

Stanje Vf – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 45min. / voda

Stanje Vg – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 15min. / voda

Stanje Vh – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 30min. / voda"

Stanje Vi – nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 45min. / voda

**Slika 19.** Toplinska obrada ispitnih uzoraka od čelika Ck45

**Tablica I.** Plan označavanja i toplinske obrade ispitnih uzoraka od čelika Ck45 za pojedina stanja

Stanje	Oznaka uzorka	Ukupno ispitnih uzoraka (kom)	
		Za sipitivanje adhezijskog trošenja	Za ispitivanje tvrdoće i mikrostrukture
I			
II	A	3	1
III	B	3	1
IV		3	
Va	C	3	1
Vb	D	3	1
Vc	E	3	1
Vd	F	3	1
Ve	G	3	1
Vf	H	3	1
Vg	I	3	1
Vh	J	3	1
Vi	K	3	1

## 5. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA

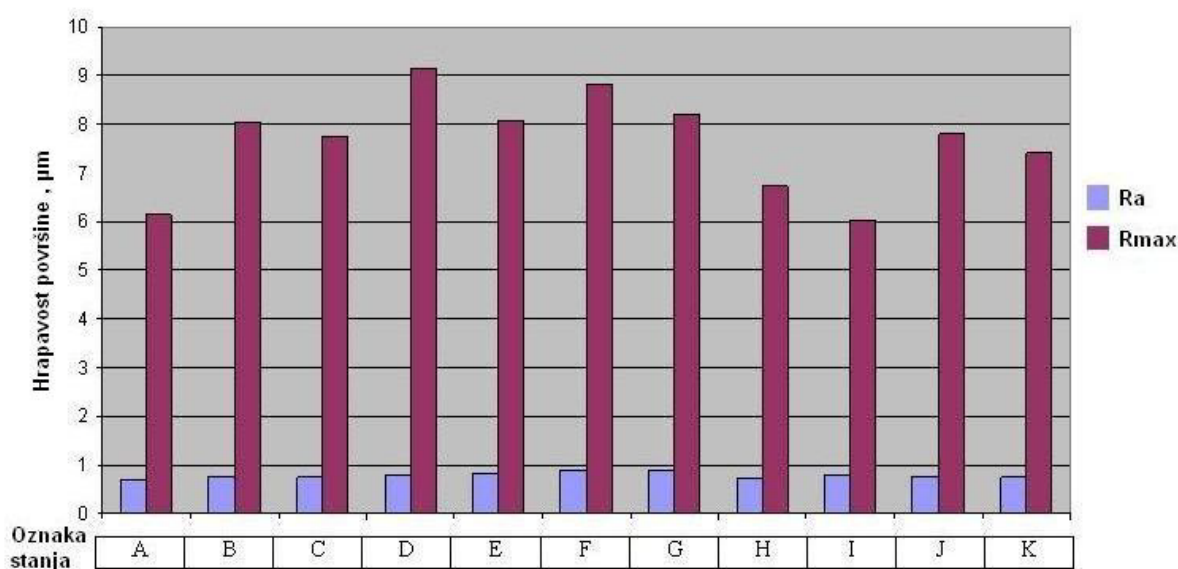
### 5.1. Ispitivanje hrapavosti površine

Ispitivanja hrapavosti površine provedeno je na prijenosnom uređaju za ispitivanje hrapavosti Mitutoyo SJ-20 na svih 11 uzoraka.

Ispitivanjem su mjerena 4 parametra:

- $R_z$  – prosječna visina neravnina ( $\mu\text{m}$ )
- $R_a$  – srednja aritmetička udaljenost profila ( $\mu\text{m}$ )
- $R_{\text{max}}$  – najveća visina neravnina ( $\mu\text{m}$ )
- $R_q$  – srednje kvadratno odstupanje profila

Na slici 20 prikazani su rezultati ispitivanja parametara hrapavosti.



Oznaka stanja	Toplinsko kemijska obrada
A	Nitrokarburirano 580°C / 2h / ulje
B	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda
C	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 15min. / voda
D	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 30min. / voda
E	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 45min. / voda
F	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 15min. / voda
G	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 30min. / voda
H	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 45min. / voda
I	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 15min. / voda
J	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 30min. / voda
K	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 45min. / voda

**Slika 20.** Rezultati ispitivanja hrapavosti (Prilog 2)

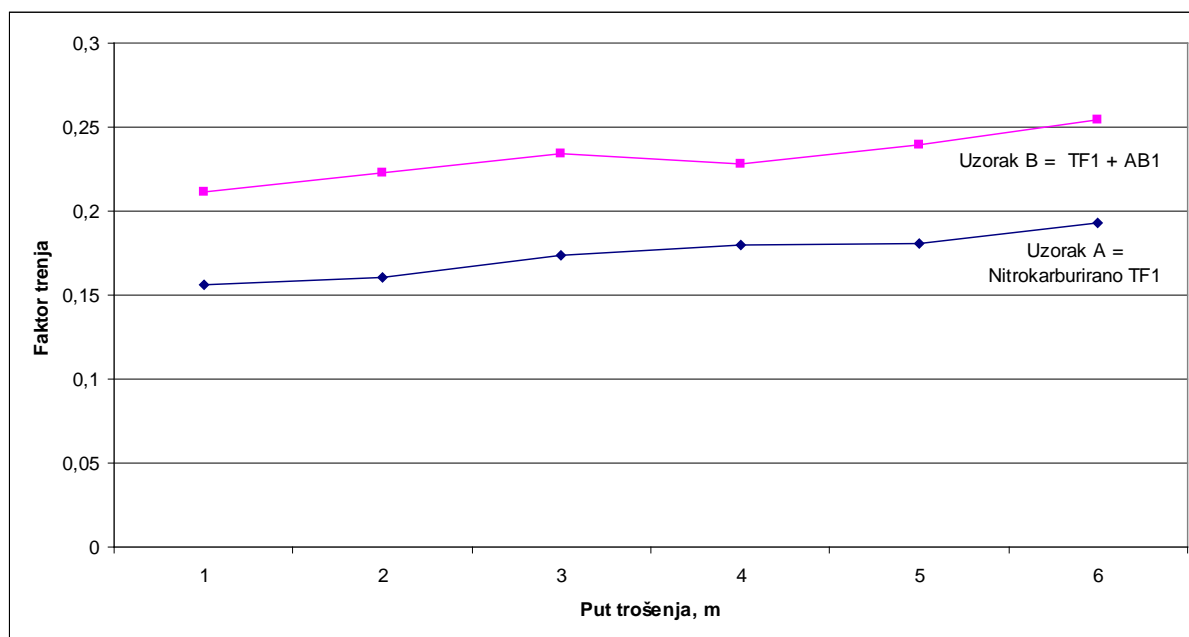
Svi ispitni uzorci su brušenjem i poliranjem obrađeni na hrapavost  $R_a \leq 0,5 \mu\text{m}$ . Nakon postupka nitrokarburiranja postignuta je hrapavost površine  $R_a$  oko  $0,7 \mu\text{m}$ . Najveća visina neravnina ( $R_{\text{max}}$ ) nalazi se u granicama od 6 do  $9 \mu\text{m}$  za sve ispitne uzorke obrađene postupkom TENIFER QPQ. Primjenom poliranja i naknadne oksidacije, hrapavost površine je ostala približno slična u granicama između  $0,6$  do  $1 \mu\text{m}$  stoga se u daljnjim ispitivanjima faktora trenja i otpornosti na trošenje može smatrati da hrapavost površine ne ispituje kao utjecajni čimbenik.

## 5.2. Ispitivanja faktora trenja i otpornosti na adhezijsko trošenje

### 5.2.1. Rezultati ispitivanja faktora trenja

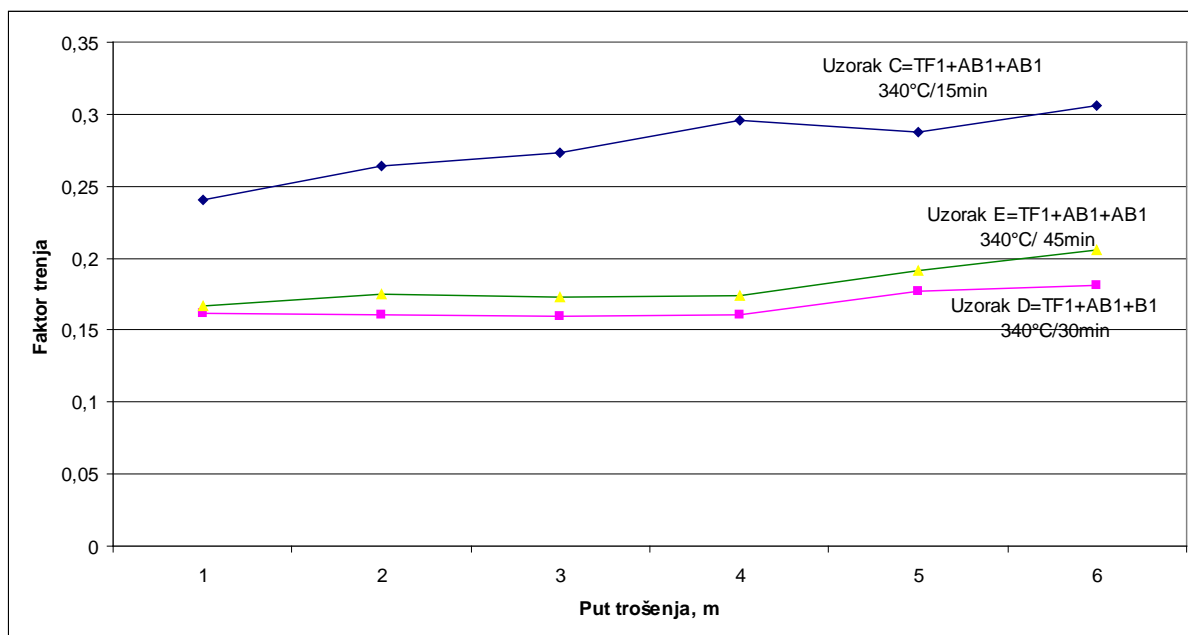
Ispitivanje je provedeno na uređaju za ispitivanje faktora trenja i otpornosti na adhezijsko trošenje (slika 15). Ispitivanje je trajalo 60 sekundi i pritom se svakih 10 sekundi očitava vrijednost progiba opruge. Progib elastične opruge mijenja se zavisno od tangencijalne sile koja se pojavljuje u tarnom paru: ispitni uzorak – polirani prsten kliznog ležaja. Pritom se faktor trenja dobiva kao omjer normalne i tangencijalne sile. Normalna sila je iznosila  $F_n = 98,1 \text{ N}$  i ona je bila konstantna. Na slikama 21, 22, 23 i 24 su prikazane vrijednosti srednjeg faktora trenja za određena stanja. Dijagrami su formirani prema temperaturama naknadne oksidacije.

Rezultati ispitivanja faktora trenja zavisnog od puta trošenja na ispitnim uzorcima nitrokarburiranog stanja (Uzorak A =  $580^\circ\text{C}$  / 2h / ulje) i nitrokarburiranog i naknadno oksidiranog (Uzorak B = TF1  $580^\circ\text{C}$  / 2h / AB1  $390^\circ\text{C}$  / 15 min / voda ) prikazani su na slici 21.

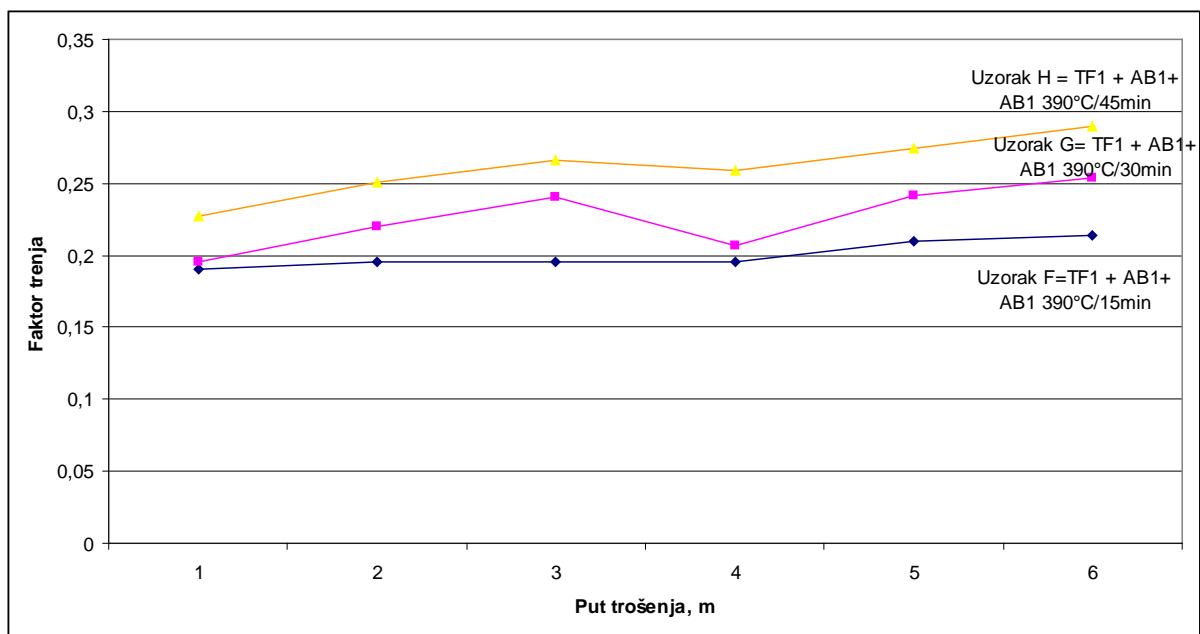


**Slika 21.** Dijagram ovisnosti faktora trenja o putu trošenja za nitrokarburirani (uzorak A) i nitrokarburirani i naknadno oksidirani ispitni uzorak (uzorak B) (Prilog 3)



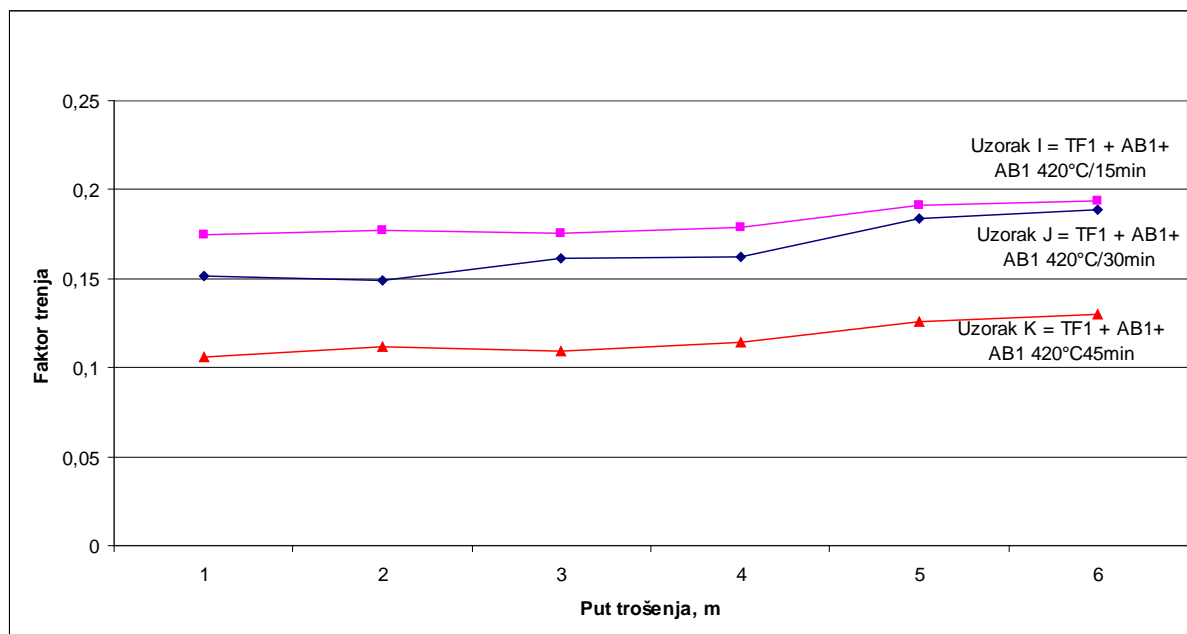


**Slika 22.** Dijagram ovisnosti faktora trenja o putu trošenja za uzorke C, D i E obrađene postupkom TENIFER QPQ (Prilog 3)



**Slika 23.** Dijagram ovisnosti faktora trenja o putu trošenja za uzorke F, G i H obrađene postupkom TENIFER QPQ (Prilog 3)

Na slici 24 prikazani su rezultati ispitivanja faktora trenja zavisnog od puta trošenja na ispitnim uzorcima koji se polazno nitrokarburirani, oksidirani i polirani (TF1 580 °C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda + poliranje) te potom ponovno oksidirani u kupci AB1 na temperaturi 420 °C (u trajanju od 15 do 45 min).



**Slika 24.** Dijagram ovisnosti faktora trenja o putu trošenja za uzorke I, J i K obrađene postupkom TENIFER QPQ (Prilog 3)

Iz rezultata ispitivanja faktora trenja prikazanih na slikama 21-24 zaključuje se sljedeće:

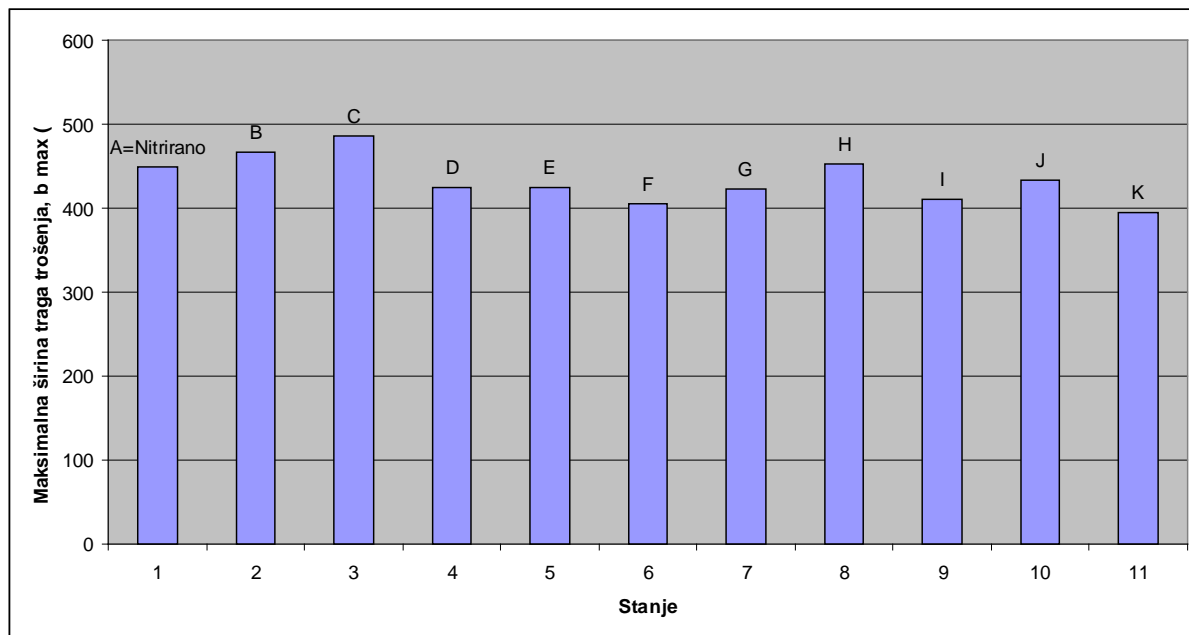
- Na čitavom putu trošenja do duljine 8,46 m nitrokarburirani uzorak pokazuje relativno nizak faktor trenja 0,15 do 0,2.
- Jednostruko naknadno oksidirani uzorak (uzorak B) pokazuje veći faktor trenja od nitrokarburiranog stanja (0,22 do 0,25).
- Primjena postupka TENIFER QPQ pokazala je različite iznose faktora trenja ovisno o temperaturi i vremenu naknadne oksidacije.
- Naknadna oksidacija na najnižoj temperaturi 340 °C pokazuje faktor trenja manji od 0,2 samo ako je trajanje oksidacije više od 30 min (30 i 45 min).
- Naknadna oksidacija na 390 °C pokazuje faktor trenja od oko 0,2 do 0,3 što je značajno više u odnosu na samo nitrokarburirano stanje.

- Naknadna oksidacija na najvišoj radnoj temperaturi kupke AB1 420 °C pokazala je faktor trenja od 0,1 do 0,2 za sva trajanja oksidacije (15 do 45 min).
- Naknadna oksidacija u trajanju od 45 min pokazuje najniži faktor trenja od svih ispitnih uzoraka ( 0,1 do 0,15 ).
- Kraća oksidacija u trajanju 15 i 30 min pokazuje sličnu promjenu faktora trenja od 0,15 do 0,2.

Iz provedenih ispitivanja čini se da značajnije sniženje faktora trenja u odnosu an nitrokarburirano stanje pokazuje jedino naknadno oksidirano na temperaturi 420 °C u trajanju 30 minuta i više.

### 5.2.2. Rezultati ispitivanja otpornosti na adhezijsko trošenje

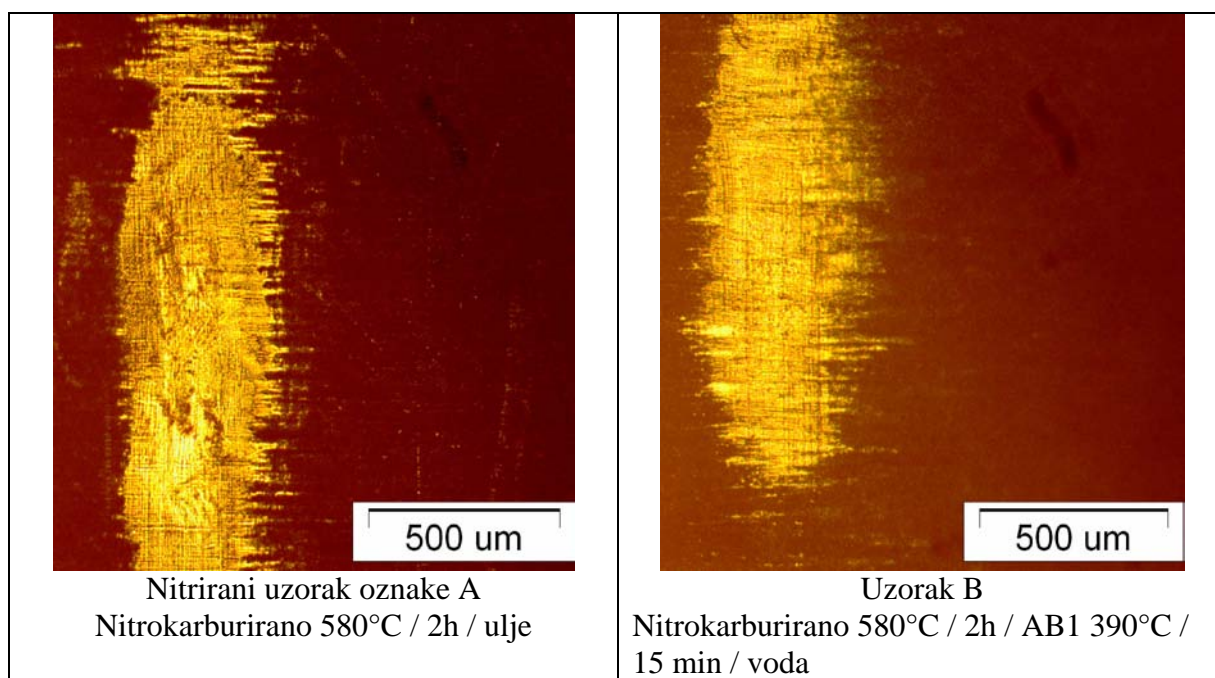
Nakon provedenih ispitivanja faktora trenja, s duljinom puta trošenja od 8,46 m, na ispitnim uzorcima nastali su tragovi trošenja. Uz pomoć svjetlosnog mikroskopa, digitalne kamere i software-a za kvantitativnu analizu slika određene su maksimalne širine traga trošenja na ispitnim uzorcima. Rezultati mjerenja prikazani su na slici 25 a izgled trošenih površina na tablicama II do IV.



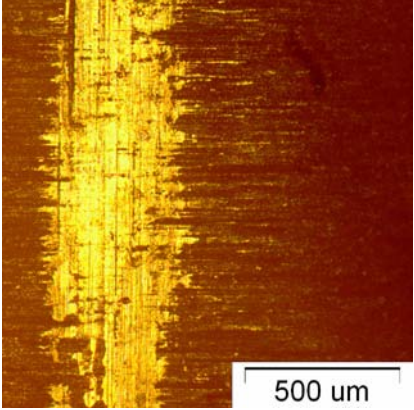
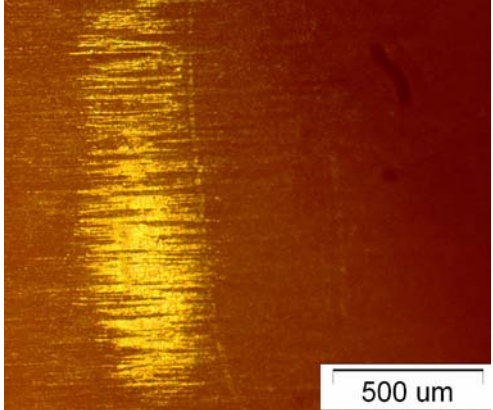
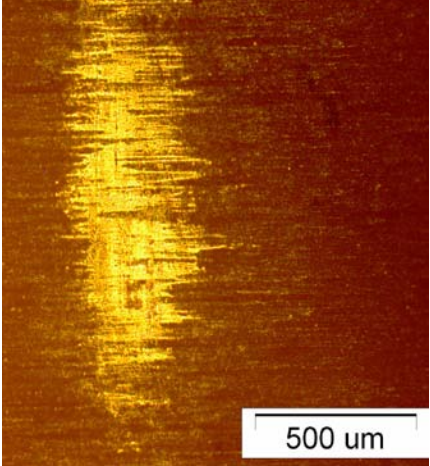
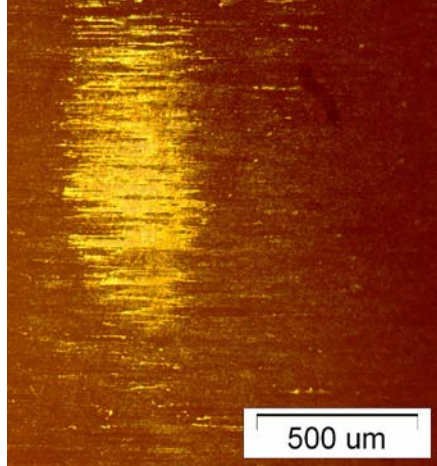
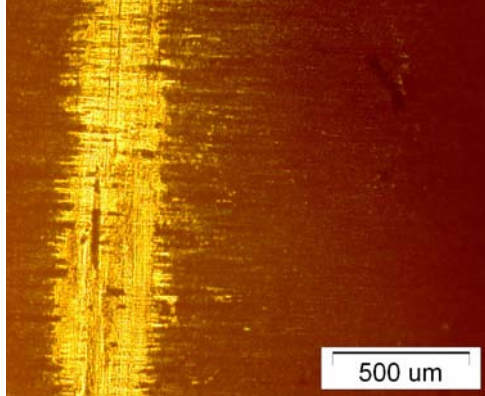
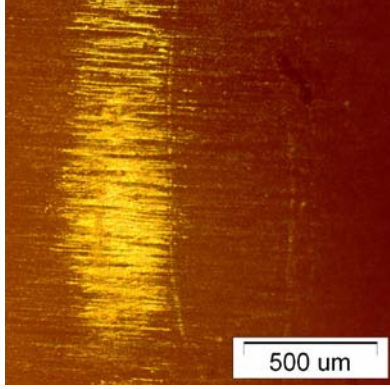
Oznaka stanja	Toplinsko kemijska obrada
A	Nitrokarburirano 580°C / 2h / ulje
B	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda
C	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 15min. / voda
D	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 30min. / voda
E	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 45min. / voda
F	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 15min. / voda
G	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 30min. / voda
H	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 45min. / voda
I	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 15min. / voda
J	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 30min. / voda
K	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 45min. / voda

**Slika 25.** Ovisnost maksimalne širine traga trošenja o toplinskoj obradi rubnog sloja (Prilog 4)

**Tablica II.** Tragovi adhezijskog trošenja snimljeni na uzorcima A i B

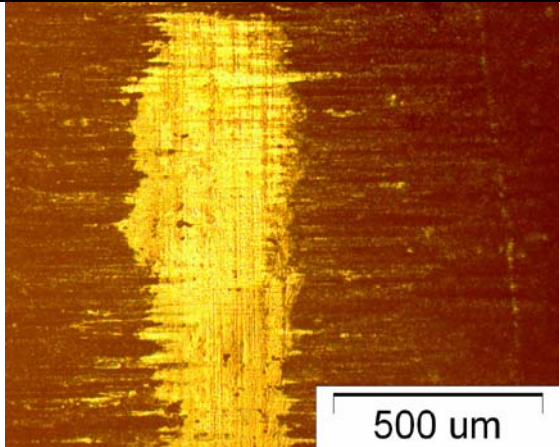
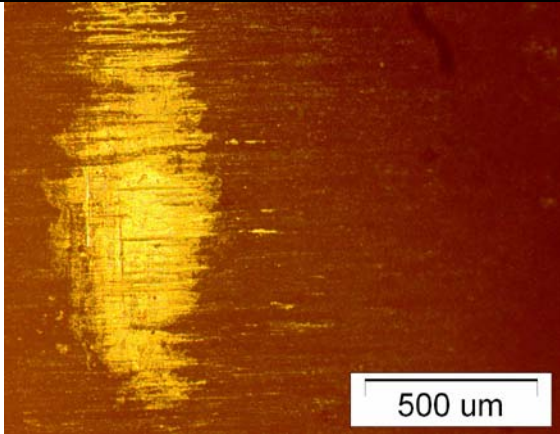
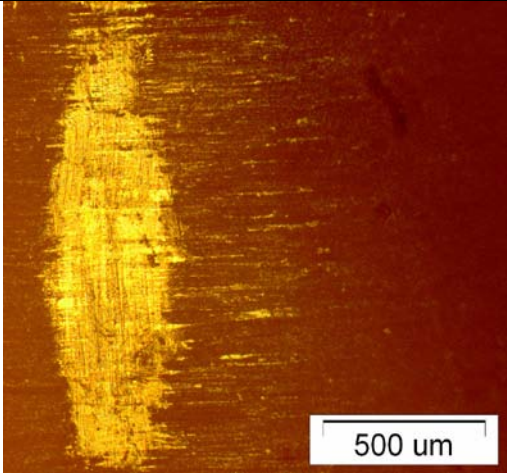


**Tablica III.** Tragovi adhezijskog trošenja snimljeni na uzorcima C,D,E,F,G i H

 <p>Uzorak C</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 15min. / voda</p>	 <p>Uzorak D</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 30min. / voda</p>
 <p>Uzorak E</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 45min. / voda</p>	 <p>Uzorak F</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 15min. / voda</p>
 <p>Uzorak G</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 30min. / voda</p>	 <p>Uzorak H</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 45min. / voda</p>



**Tablica IV.** Tragovi adhezijskog trošenja snimljeni na uzorcima I, J i K

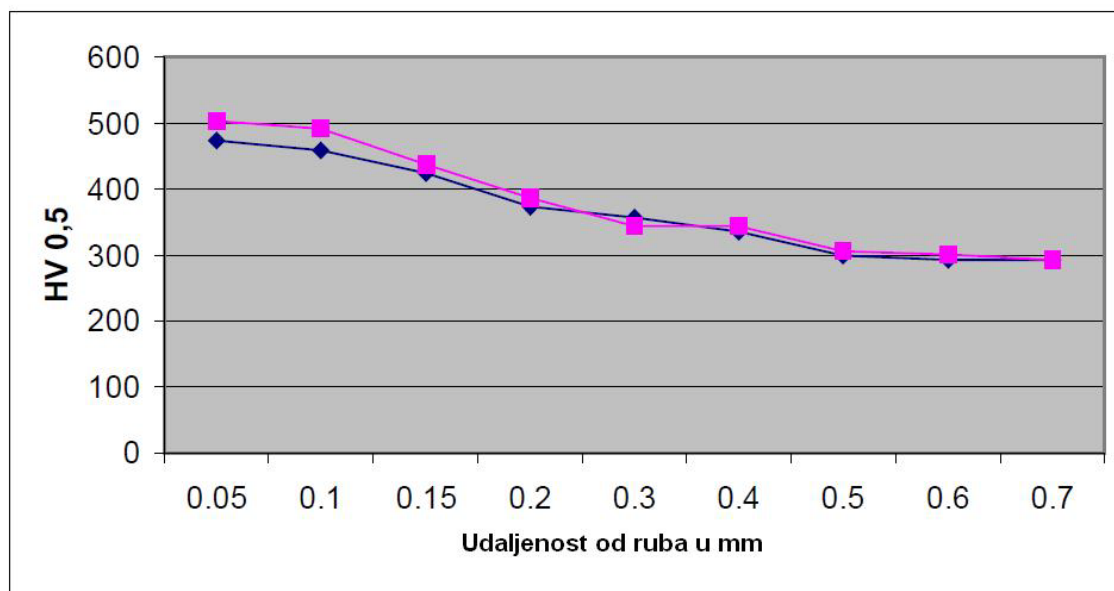
 <p style="text-align: center;">Uzorak I Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 15min. / voda</p>	 <p style="text-align: center;">Uzorak J Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 30min. / voda</p>
 <p style="text-align: center;">Uzorak K Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 45min. / voda</p>	

Iz slike 25 uočava se da su većina ispitnih uzoraka obrađeni postupkom QPQ pokazali manje adhezijsko trošenje u odnosu na nitrokarburirane uzorke. Ispitni uzorci nitrokarburirani i jednostruko oksidirani (oznaka B) i ispitni uzorci obrađeni QPQ postupkom na najmanjima temperaturama i najkraćim vremenima (340 °C i 15 min) pokazali su adhezijsko trošenje veće od nitrokarburiranog. Najmanji trag adhezijskog trošenja pokazali su uzorci obrađeni postupkom TF QPQ na temperaturi oksidativne kupke AB1 420 °C u svim trajanjima pokusa (15 do 45 min).

Također su zadovoljavajuću otpornost na adhezijsko trošenje pokazali i ispitni uzorci obrađeni postupkom TF QPQ na temperaturi kupke 390 °C u trajanju od 15 do 30 min i ispitni uzorci obrađeni QPQ postupkom na 340 °C u trajanju 30 i 45 min. Navedene rezultate na slici 25 potvrđuju i slike tragova trošenja u tablicama II do IV.

### 5.3. Ispitivanje mikrotvrdoće i mikrostrukture rubnog sloja

Mikrostrukturna analiza ispitnih uzoraka provedena je na metalografski pripremljenim uzorcima u poliranom i nagriženom stanju. Mikrotvrdoća je ispitana prema vickers-ovoj metodi uz opterećenje 4,91 N (HV 0,5). Rezultati ispitivanja prikazani su na slici 26.



— uzorak A  
— uzorak B

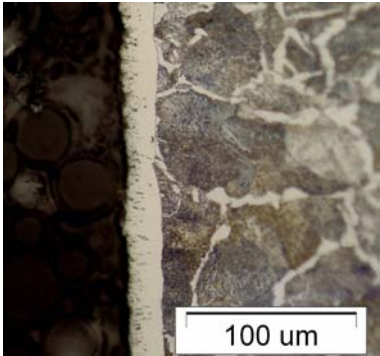
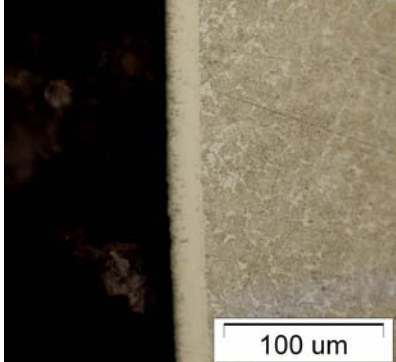
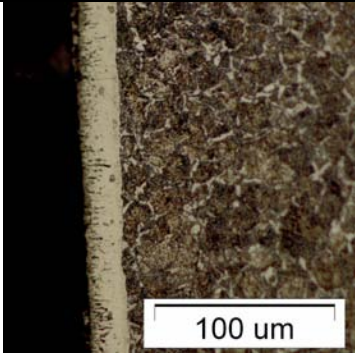
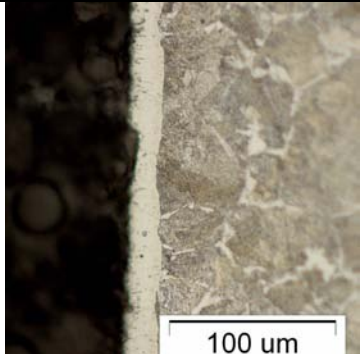
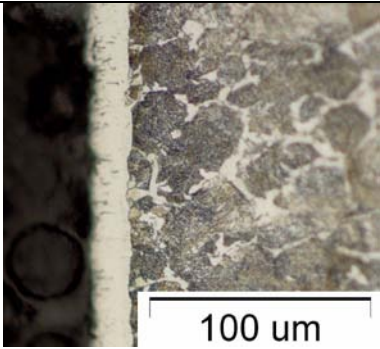
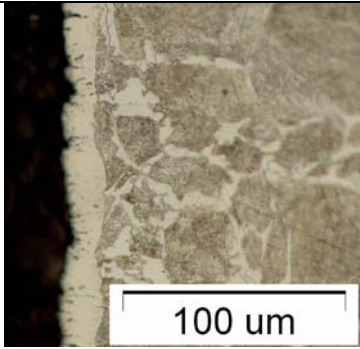
Oznaka uzorka	Stanje
A	TF1 580°C /2h/ ulje
B	TF1 580°C /2h/ AB1 390°C /15min/ voda

**Slika 26.** Raspored tvrdoće po poprečnom presjeku ispitnih uzoraka od čelika Ck45 nakon nitrokarburiranja (uzorak A) i nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom (uzorak B) [3]

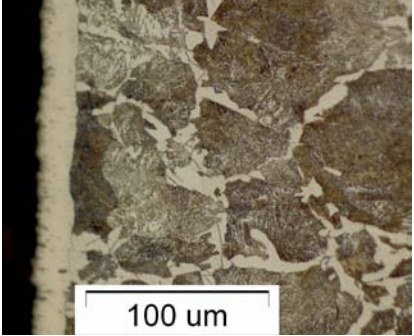
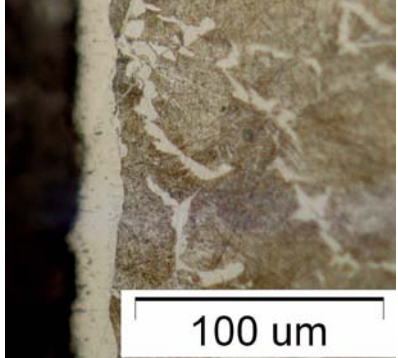
Mikrostruktura rubnog sloja snimljena svjetlosnim mikroskopom prikazana je u tablicama V i VI. Mikrostruktura rubnog sloja snimljenja elektronskim mikroskopom (SEM) je prikazana u tablicama VII i VIII.

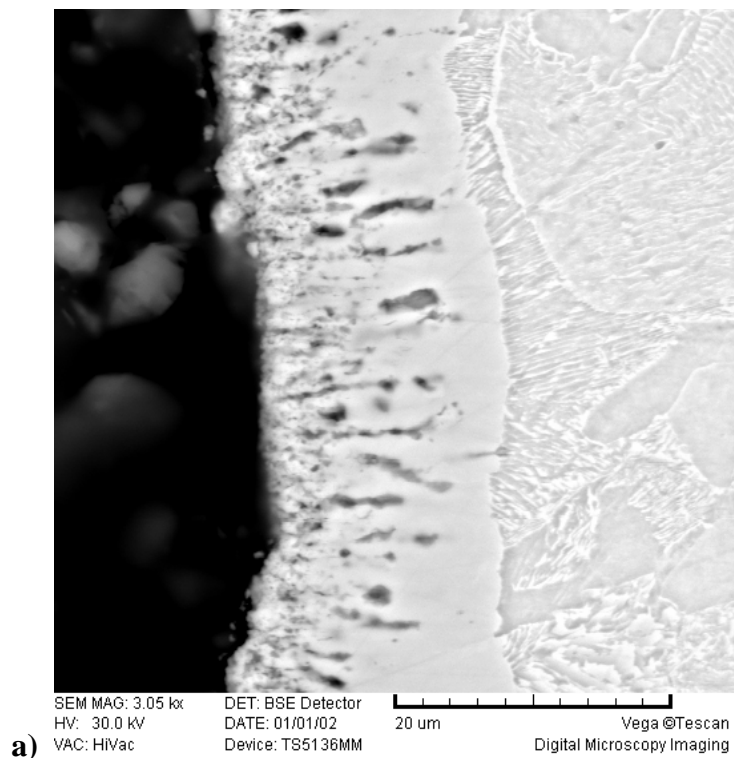


**Tablica V.** Mikrostruktura ispitnih uzoraka A,B,C,D, F i G od čelika Ck45 obrađenih postupkom Tenifer QPQ

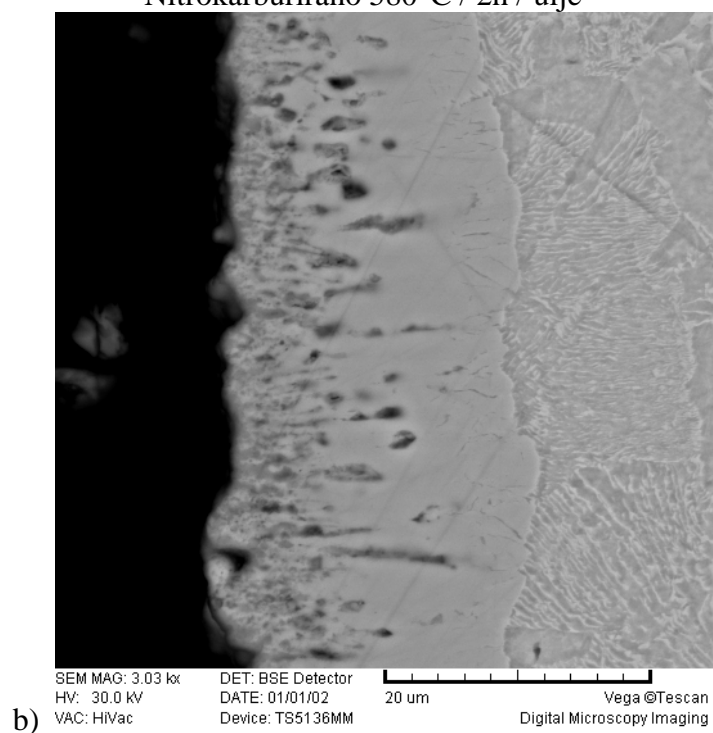
 <p>Uzorak A Nitrokarburirano 580°C / 2h / ulje</p>	 <p>Uzorak B Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda</p>
 <p>Uzorak C Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 15min. / voda</p>	 <p>Uzorak D Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 30min. / voda</p>
 <p>Uzorak F Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 15min. / voda</p>	 <p>Uzorak G Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 30min. / voda</p>

**Tablica VI.** Mikrostruktura ispitnih uzoraka H i J od čelika Ck45 obrađenih postupkom Tenifer QPQ

 <p>100 um</p> <p>Uzorak H</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 45min. / voda</p>	 <p>100 um</p> <p>Uzorak J</p> <p>Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 30min. / voda</p>
---	--



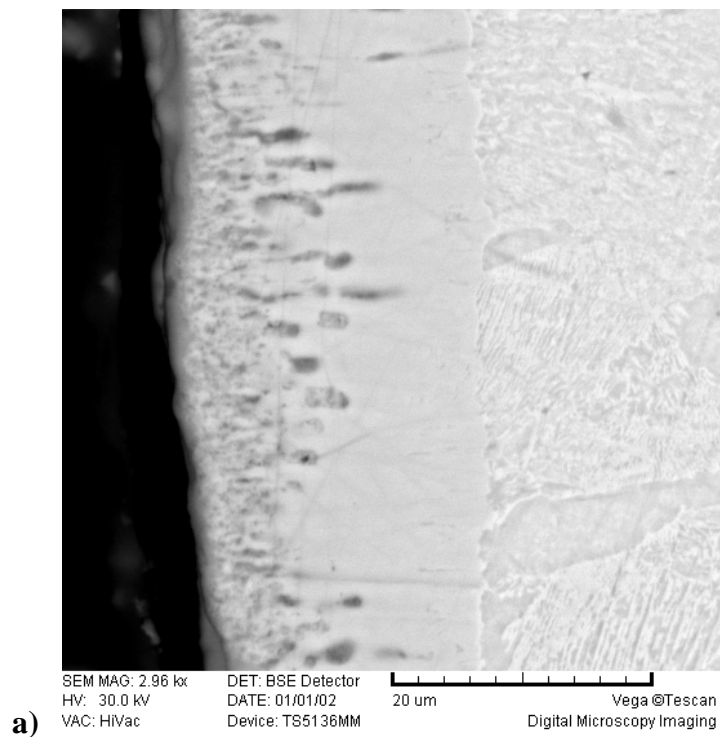
Uzorak A  
Nitrokarburirano 580°C / 2h / ulje



Uzorak G  
Nitrokarburirano 580°C/2h/AB1 390°C/15 min./voda/polirano/AB1 390°C/30min./voda

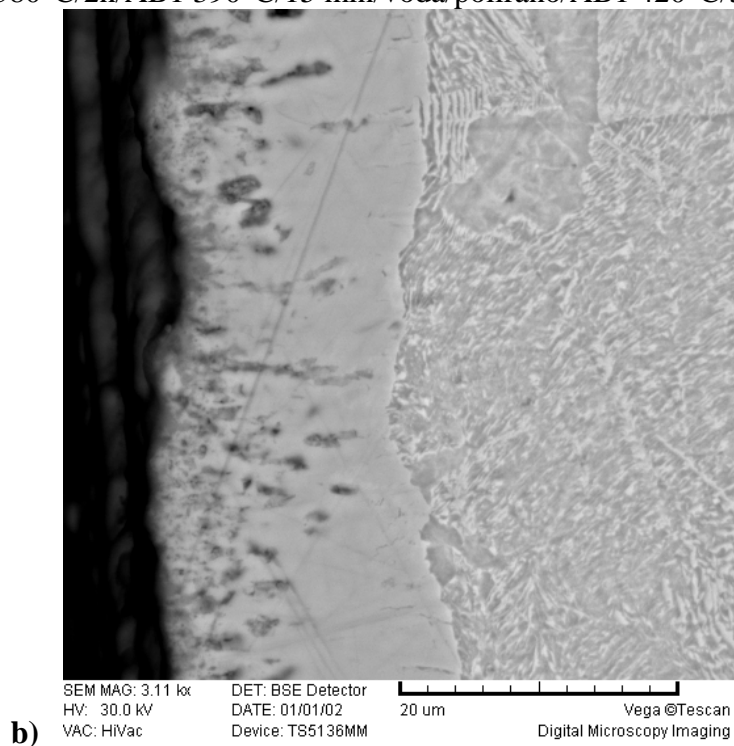
**Slika 27.** Mikrostruktura rubnog sloja snimljena elektronskim mikroskopom (SEM) na ispitnim uzorcima od čelika Ck45:

- a) nakon nitrokarburiranja postupkom TENIFER (uzorak A)
- b) nakon nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom TENIFER QPQ (uzorak G)



Uzorak J

Nitrokarburirano 580°C/2h/AB1 390°C/15 min/voda/polirano/AB1 420°C/30min./voda



Uzorak K

Nitrokarburirano 580°C/2h/AB1 390°C/15 min/voda/polirano/AB1 420°C/45min/voda

**Slika 28.** Mikrostruktura rubnog sloja snimljena elektronskim mikroskopom (SEM) na ispitnim uzorcima od čelika Ck45 nakon nitrokarburiranja postupkom TENIFER QPQ sa različitim parametrima oksidacije:

- a) ispitni uzorak oznake J
- b) ispitni uzorak oznake K

Na slikama mikrostrukture ispitanih uzoraka obrađenih postupkom TENIFER QPQ uočava se nešto manja poroznost zone spojeva nego kod samo nitrokarburiranih uzoraka (oznaka A). Iz ovoga se zaključuje da se primjenom poliranja uklanja dio poroznosti zone spojeva, a primjenom naknadne oksidacije čini se da je došlo i do djelomičnog popunjavanja pora u zoni spojeva. Poroznost u zoni spojeva je karakteristična za nitrokarburiranje u solnoj kupci TF1 zbog nastanka  $\epsilon$  nitrida. Međutim nastale pore ne dolaze do difuzijske zone i mogu se popunjavati oksidima ali i sredstvima za podmazivanje što značajno utječe na povišenje otpornosti na koroziju i trošenje.

## 6. ZAKLJUČAK

Nitrokarburiranjem s naknadnom oksidacijom može se značajnije povišiti otpornost na koroziju i otpornost na adhezijsko trošenje. U industrijskoj primjeni su najviše zastupljeni postupci nitrokarburiranja s naknadnom oksidacijom u solnim kupkama i nitriranje u plazmi plinova.

U eksperimentalnom dijelu rada istraživani su parametri naknadne oksidacije nitrokarburiranog čelika u postupku TENIFER QPQ. Iz provedenih pokusa i istraživanja zaključuje se sljedeće:

- Ako se završnom strojnom obradom (brušenje i poliranje) postigne površina male hrapavosti, postupkom TENIFER QPQ početna kvaliteta površine će se zadržati ili će eventualno doći do manjeg porasta hrapavosti uzrokovane nastankom pora u zoni spojeva.
- Primjenom naknadne oksidacije u manjoj mjeri pojavljuje se sniženje mikrotvrdoće neposredno ispod zone spojeva do 50 HV 0,5 a efektivna dubina nitriranja ostaje nepromijenjena, čini se da je uzrok ovom smanjenju izlučivanje iglica nitrida u difuzijskoj zoni.
- Iz analize mikrostrukture svjetlosnom i elektronskom mikroskopijom uočava se kompaktna zona spojeva koja je porozna uz samu površinu što je uobičajeno za nitrokarburiranje postupkom TENIFER. Nastala poroznost ne dopire do difuzijske zone. Na ispitnim uzorcima obrađenim postupkom TENIFER QPQ poroznost zone spojeva je manja nego na uzorcima koji su bili nitrokarburirani bez naknadne oksidacije. Čini se da je dio poroznosti uklonjen poliranjem prije naknadne oksidacije. Također se pretpostavlja da je dio pora popunjavao Fe oksidima u fazi naknadne oksidacije.
- Primjenom postupka TENIFER QPQ postignuto je povišenje otpornosti na adhezijsko trošenje i sniženje faktora trenja u odnosu na nitrokarburiranje bez naknadne oksidacije za gornju temperaturu naknadne oksidacije (420 °C) i trajanje oksidacije dulje od 30 min. Ostali ispitivani parametri naknadne oksidacije pokazali su sličnu ili slabiju otpornost na adhezijsko trošenje u odnosu na samo nitrokarburirano stanje.

U daljnjim ispitivanjima svojstava dijelova obrađenih postupkom TENIFER QPQ bilo bi preporučljivo detaljnije istražiti utjecaj hrapavosti površine i utjecaj višestrukih naknadnih oksidacija na korozijska i tribološka svojstva rubnog sloja te također istražiti ponašanje dijelova i alata obrađenih ovim postupkom u eksploataciji.

## 7. LITERATURA

- [1] Cajner, Franjo; Landek, Darko; Šolić, Sanja. Karakterizacija nitrokarburiranog sloja // Zbornik Sažetaka MATRIB 2006 / Grilec, Krešimir (ur.). Zagreb : HDMT, 2006. 45 .
- [2] Cajner, Franjo; Landek, Darko. Influence of oxidation of nitrocarburized steel upon the resistance to wear and corrosion // Proceedings of the 9th International Seminar IFHTSE Nitriding Technology Theory & Practice / Nakonieczny, Aleksander (ur.). Warsaw : Institute of Precision Mechanics, 2003. 371-378.
- [3] Ivan Jozić: Diplomski Rad , Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2006.
- [4] Cajner, Franjo; Landek, Darko; Stupnišek Lisac, Ema. Improvement of properties of steels applying salt bath nitrocarburizing with post-oxidation. // Materiali in tehnologije. 37 (2003) , 6; 333-339.
- [5] Marušić, Katarina; Otmačić, Helena; Landek, Darko; Cajner, Franjo; Stupnišek-Lisac, Ema. Modification of carbon steel surface by the Tenifer® ; process of nitrocarburizing and post-oxidation. // Surface & Coatings Technology. 201 (2006) ; 3415-3421.
- [6] Dr. Joachim Boßlet, Marian Mainka: New Developments in Salt Bath Nitrocarburizing
- [7] David Pye: Practical Nitriding and Ferritic Nitrocarburizing , ASM International, 2003.
- [8] Vinko Ivušić: Tribologija, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 1998.
- [9] [www.rubig.com](http://www.rubig.com)
- [10] Rainer Leppänen, Håkan Jonsson: Technical Report 1/1999, Properties of Nitrided Components – A Result of the Material and the Nitriding Process, Ovako Steel 1999. Research & Technology S-813 82 Hofors, Sweden
- [11] <http://www.sulzermetco.com>

## **PRILOG**



# Prilog 1. Oznake stanja ispitnih uzoraka od čelika Ck45

Oznaka stanja	Toplinsko kemijska obrada
A	Nitrokarburirano 580°C / 2h / ulje
B	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda
C	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 15min. / voda
D	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 30min. / voda
E	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 340°C / 45min. / voda
F	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 15min. / voda
G	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 30min. / voda
H	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 390°C / 45min. / voda
I	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 15min. / voda
J	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 30min. / voda
K	Nitrokarburirano 580°C / 2h / AB1 390°C / 15 min / voda / polirano / AB1 420°C / 45min. / voda

Prilog 2. Rezultati ispitivanja hrapavosti površine

Oznaka uzorka	Rb. Mjerenja	Ra, mic	Rz, mic	Rmax, mic	Rq, mic	Prijenosni uređaj za ispitivanje hrapavosti: Mitutoyo SJ-201
A	1.	0,74	5,84	6,46	0,97	Ref. Duljina: L=4 mm
A	2.	0,66	5,04	5,83	0,84	
B	1.	0,75	6,58	6,81	1	
B	2.	0,79	6,86	9,26	1,03	
C	1.	0,73	5,77	8,06	0,95	
C	2.	0,76	5,98	7,43	0,98	
D	1.	0,8	6,68	7,98	1,04	
D	2.	0,88	7,6	12,83	1,18	
D	3.	0,75	6	6,57	0,97	
E	1.	0,76	5,92	7,5	0,98	
E	2.	0,97	8,1	9,56	1,27	
E	3.	0,7	5,2	6,38	0,9	
E	4.	0,84	6,69	8,83	1,1	
F	1.	0,82	6,92	8,51	1,09	
F	2.	0,95	7,69	9,3	1,26	
F	3.	0,88	7,72	8,72	1,15	
G	1.	0,67	5,22	6,44	0,86	
G	2.	0,96	7,68	9,09	1,23	
G	3.	1,01	8,05	9,08	1,32	
H	1.	0,64	0,93	6,52	0,82	
H	2.	0,67	4,85	5,86	0,86	
H	3.	0,81	6,43	7,52	1,06	
H	4.	0,79	6,02	6,99	1	
I	1.	0,99	7,52	9,66	1,28	
I	2.	0,66	4,92	5,16	0,84	
I	3.	0,69	5,62	6,73	0,9	
I	4.	0,82	6,23	6,94	1,06	
I	5.	0,8	5,97	6,97	1,03	
I	6.	0,85	6,34	8,1	1,08	
J	1.	0,78	6,11	7,33	1,01	
J	2.	0,72	5,47	6,71	0,91	
J	3.	0,82	6,25	9,37	1,07	
K	1.	0,9	5,79	7,08	1,12	
K	2.	0,78	6,05	8,21	1	
K	3.	0,73	6,45	8,33	0,95	
K	4.	0,76	6,04	7,45	0,99	
K	5.	0,74	5,16	5,97	0,94	

Prilog 3. Rezultati ispitivanja faktora trenja zavisnog od puta trošenja

	Uzorak A	Uzorak B
Put trošenja, m	Srednji_faktor_trenja	Srednji_faktor_trenja
1,414	0,156136565	0,211519372
2,828	0,16009248	0,223057457
4,23	0,173278862	0,234595542
5,64	0,179872054	0,22800235
7,05	0,180531373	0,239540435
8,46	0,193058436	0,254375116

	Uzorak C	Uzorak D	Uzorak E
Put trošenja, m	Srednji_faktor_trenja	Srednji_faktor_trenja	Srednji_faktor_trenja
1,414	0,240529414	0,161768016	0,167134164
2,828	0,263605584	0,160694786	0,174646772
4,23	0,273495371	0,159621556	0,172500313
5,64	0,295252902	0,160694786	0,173573542
7,05	0,288000392	0,176793231	0,191818447
8,46	0,306461328	0,18108615	0,205770433

	Uzorak F	Uzorak G	Uzorak H
Put trošenja, m	Srednji_faktor_trenja	Srednji_faktor_trenja	Srednji_faktor_trenja
1,414	0,190745217	0,195036394	0,227178202
2,828	0,195038136	0,219760861	0,250254371
4,23	0,195038136	0,240364584	0,265913201
5,64	0,195038136	0,206574479	0,25849586
7,05	0,210063352	0,241188733	0,27415469
8,46	0,214356271	0,253550967	0,289813519

	Uzorak I	Uzorak J	Uzorak K
Put trošenja, m	Srednji_faktor_trenja	Srednji_faktor_trenja	Srednji_faktor_trenja
1,414	0,151470219	0,174915079	0,106186749
2,828	0,148882592	0,177329846	0,111362003
4,23	0,16117382	0,175720002	0,109421283
5,64	0,162467633	0,178939691	0,114596536
7,05	0,183815555	0,191013525	0,126240857
8,46	0,188343901	0,193428292	0,130122297

Prilog 4. Rezultati određivanja maksimalne širine traga trošenja nakon 8,46 m adhezijskog trošenja

						Oznaka ispitnog uzorka									
	A=Nitritano	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K				
1.	404,08	481,35	477,55	432,65	365,99	372,79	359,18	442,18	436,73	423,13	405,44				
2.	405,44	488,44	473,47	436,73	439,46	440,82	404,08	436,73	410,88	421,77	397,28				
3.	448,98	523,81	544,22	453,06	374,15	457,14	408,16	463,95	376,87	432,65	410,88				
4.	461,22	470,75	502,04	363,27	414,97	453,06	417,69	466,67	442,49	450,34	379,59				
5.	439,46	477,55	508,84	398,64	443,54	429,93	453,37	459,86	394,56	425,85	408,16				
6.	412,24	425,85	466,67	428,57	488,44	394,56	429,93	495,24	425,85	463,95	380,95				
7.	408,16	470,75	461,22	425,85	397,28	441,97	425,85	421,77	393,2	453,06	365,99				
8.	442,18	432,65	466,67	457,14	478,91	408,16	398,64	453,06	404,08	432,65	390,48				
9.	432,65	421,77	478,91	425,85		379,59	397,28	461,22	414,97	436,73	370,07				
10.	453,06	472,11	474,83			376,87	463,95	442,18	397,28	374,15	379,55				
11.	439,46	474,83	488,44			405,44	417,69	461,22	386,39	463,95	419,05				
12.	446,26	473,47	480,27			383,67	425,85	414,97	446,26	425,85	412,24				
13.	488,44	454,42				341,5	401,36	443,54	414,97		404,08				
14.	481,63					401,36	455,78	457,14	419,97		412,24				
15.	478,91					401,36	470,75	443,54	429,93						
16.	499,32						439,46	488,44	390,48						
17.	473,47								380,95						
18.	459,86														
Srednja vrijednost	448,601111	466,75	485,2608	424,64	425,3425	405,8813	423,0638	453,2319	409,7565	433,6733	395,4286				
b <sub>max</sub> , µm															